LA GRANDE INDUSTRIE
DES
ACIDES ORGANIQUES

BITARTRATE DE POTASSIUM
ACIDE TARTRIQUE. ACIDE CITRIQUE

PAR

ULYSSE ROUX

TROISIÈME ÉDITION MISE A JOUR

PAR

ALBERT AUBRY
INGÉNIEUR CHIMISTE E. P. C. I.
CHEF DE LABORATOIRE A L'ÉCOLE BRÉGUET

PARIS
92, RUE BONAPARTE (VI)
1939

LA GRANDE INDUSTRIE
DES
ACIDES ORGANIQUES

BITARTRATE DE POTASSIUM
ACIDE TARTRIQUE. ACIDE CITRIQUE

PAR

ULYSSE ROUX

TROISIÈME ÉDITION MISE A JOUR

PAR

ALBERT AUBRY
INGÉNIEUR CHIMISTE E. P. C. I.
CHEF DE LABORATOIRE A L'ÉCOLE BRÉGUET

PARIS

92, RUE BONAPARTE (VI)
1939

AVERTISSEMENT

La seconde édition de cet ouvrage m'a été confiée par suite du décès de M. Roux, et je me suis surtout attaché à compléter la partie purement théorique et la partie laboratoire (Réception des matières premières et contrôle de la fabrication).

Les chapitres concernant les transactions commerciales ont été remis à jour. Pour l'établissement des devis, les prix actuels étant sujets à trop de fluctuations, je me suis fixé aux prix de 1912.

Pour la partie technique, j'ai signalé les nouvelles méthodes de fabrication, tout en laissant l'importance capitale aux procédés décrits dans la première édition.

En terminant je tiens à remercier cordialement M. Boll, qui a bien voulu me donner de précieuses indications pour la mise au point de cet ouvrage.

Albert Aubry.

PRÉFACE

DE LA PREMIÈRE ÉDITION

Malgré que les fabrications des acides tartrique et citrique tendent de jour en jour à prendre une plus grande importance dans la grande industrie chimique de l'Europe occidentale et des États-Unis d'Amérique, il n'existe pas encore dans notre littérature scientifique un livre réellement technique qui traite de ces fabrications. Quelques lignes dans les encyclopédies chimiques et quelques brochures très sommaires qui ont pu être publiées à ce sujet sont certainement insuffisantes pour fournir aux ingénieurs et aux chimistes les éléments nécessaires pour l'exercice de leur profession.

C'est pourquoi nous avons pensé faire œuvre utile en comblant cette lacune par la publication d'une technologie complète qui est le résultat de quinze ans de travail, d'abord comme ingénieur chargé des installations et ensuite comme directeur technique de ces fabrications.

Dans l'élaboration de cet ouvrage, nous nous sommes efforcé d'exposer simplement et clairement tous les détails de ces industries en ce qui concerne le commerce, la fabrication et l'installation, afin de mettre entre les mains des industriels, ingénieurs, chimistes et contremaîtres, un guide pratique et sûr, de forme précise, qui ne réclame pas des connaissances trop étendues pour être consulté avec fruit.

Enfin nous avons cherché à faciliter par des exemples numériques l'application des formules contenues dans ce livre en développant tous les calculs nécessaires à l'établissement d'un avant-projet pour chacune des fabrications traitées.

Malgré tous nos efforts, l'ouvrage que nous publions aujourd'hui contiendra sans doute des imperfections, et nous faisons appel à l'indulgence du lecteur pour les excuser.

Néanmoins nous espérons avoir suffisamment approché le but que nous nous sommes proposé en permettant à tous ceux qu'intéressent ces fabrications de se documenter abondamment et d'une façon précise au double point de vue commercial et industriel.

Ulysse Roux

Sorgues (Vaucluse), août 1912.

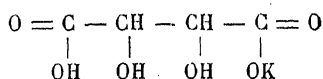
LA GRANDE INDUSTRIE
DES ACIDES ORGANIQUES

LIVRE I

BITARTRATE DE POTASSIUM
OU CRÈME DE TARTRE

PREMIÈRE PARTIE
PROPRIÉTÉS DU BITARTRATE DE POTASSIUM

Caractères chimiques. — Le bitartrate de potassium a pour formule brute $C^4H^5O^6K$ et pour formule développée :

$$\begin{array}{ccccccc} O = C & - & CH & - & CH & - & C = O \\ | & & | & & | & & | \\ OH & & OH & & OH & & OK \end{array}$$

Son poids moléculaire est 188.

Ce corps cristallise anhydre dans le système orthorhombique. Ses cristaux sont transparents lorsqu'il est pur et blancs et laiteux lorsqu'ils contiennent du tartrate de chaux ; ils sont durs, sans odeur et de saveur acide, inaltérables à l'air, mais absorbant une petite quantité d'eau dans l'air humide. Sa densité est de 1,956.

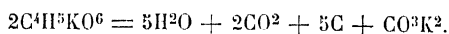
Il est peu soluble dans l'eau froide (184 parties d'eau froide n'en dissolvant que 1 partie), davantage dans l'eau chaude, et insoluble dans l'alcool. Ses solutions dans les mélanges alcooliques sont fortement acides, mais elles ne se conservent pas. Il est très soluble dans les acides minéraux ainsi que dans les solutions alcalines.

Sa solution dans l'eau n'est pas favorisée par la présence d'acide tartrique.

Les solutions de bitartrate de potassium sous l'influence des moisissures sont totalement transformées en bicarbonate de potassium CO^3KH [1].

Ces solutions sont dextrogyres, elles rougissent le papier de tournesol bleu et décomposent les carbonates alcalins avec dégagement d'anhydride carbonique.

La crème de tartre est insoluble dans l'alcool, l'éther, le sulfure de carbone, le chloroforme, etc... Chauffée, elle résiste à une température de 150° à 170°; mais, soumise à la calcination, elle charbonne en dégageant une odeur rappelant celle du sucre brûlé et en abandonnant un résidu (alcalin) de carbonate de potassium d'après la réaction :

$$2C^4H^5KO^6 = 5H^2O + 2CO^2 + 5C + CO^3K^2.$$

Calciné en présence de l'air, le charbon est brûlé et la cendre est constituée de carbonate de potassium (si l'on est parti du sel pur).

Solubilité. — La solubilité du bitartrate de potassium dans l'eau augmente avec la température.

Les chiffres suivants indiquent, d'après Alluart [2], cette solubilité aux températures comprises entre 0 et 100°.

Température.	Masse dissoute dans 1 litre d'eau.
0°	3g,2
10°	4
20°	5 7
30°	9
40°	13 1
50°	18 1
60°	24
70°	32
80°	45
90°	57

Ces valeurs mises sous forme de diagramme, en prenant pour abscisses les températures et pour ordonnées les masses dissoutes, sont représentées par la figure 1.

La solubilité augmente lentement de 0 à 80°; mais, à partir de cette

(1) BARRAL, *Bull. Soc. Chim.*, 1, p. 515 ; 1907.
(2) ALLUART. *C. R.*, 59, p. 500.

température, elle se transforme en une ligne droite indiquant une augmentation de 12 grammes pour 10°. En continuant cette ligne, on peut compléter ainsi le tableau d'Alluart :

Température.	Masse dissoute dans 1 litre d'eau.
100°....	... 69
110°....	... 82
120°....	... 94
130°....	... 106

valeurs que nous avons vérifiées et trouvées exactes dans de nombreuses expériences de laboratoire, ainsi qu'en pratique en employant notre procédé mécanique sous pression que nous décrirons à la quatrième partie de ce livre. La solution saturée E = 99°,6, sous 718 millimètres.

La solubilité du bitartrate diminue dans un liquide alcoolique; il est complètement insoluble dans l'alcool absolu

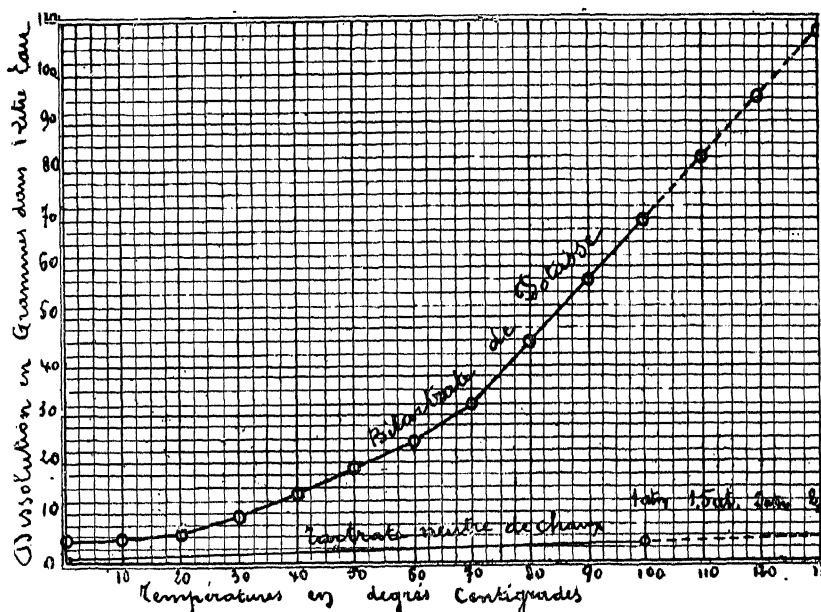



Fig. 1. — Diagramme de la dissolution du bitartrate de potasse dans l'eau.

Pour une température de 12° avec des proportions diverses d'alcool, Kissel donne les chiffres suivants pour la solubilité du bitartrate dans les solutions alcooliques.

			Masse dissoute par litre de solvant
94 0/0 d'eau	+	6 0/0 d'alcool (en volume)..........	3gr,1
92 —	+	8	2 8
91 —	+	9	2 6
90 —	+	10	2 4
88 —	+	12	2 2
80 —	+	20	1 6
70 —	+	30	1 2
60 —	+	40	0 9
50 —	+	50	0 7
40 —	+	60	0 4
30 —	+	70	0 3
20 —	+	80	0 2
10 —	+	90	0 15

Enfin, la solubilité dans un liquide alcoolique à 15,5 0/0 d'alcool (en volume) et à diverses températures est la suivante, d'après Chancel [1]:

Température		Masse dissoute		
Température	0°.............	Masse dissoute	1gr,41	par litre
—	5°.............	—	1 75	—
	10°.............	—	2 12	—
	15°.............	—	2 53	—
	20°.............	—	3 05	—
	25°.............	—	3 72	—
	30°.............	—	4 60	—
	35°.............	—	5 70	—
	40°.............	—	7 00	—

Usages. — La crème de tartre est très employée dans la pharmacie comme diurétique ou purgatif léger ; on s'en sert aussi en teinturerie et impression pour mordancer la laine et fixer certaines couleurs ; mais son principal emploi est dans la panification en Angleterre, aux États-Unis, en Australie et dans les colonies anglaises, qui en consomment des quantités considérables sous la forme de *baking powders* (poudres à faire le pain).

Ces *baking powders* sont des levains mécaniques dont on se sert dans la panification domestique ou mieux dans la préparation domestique des pâtisseries pour faire lever rapidement la pâte au lieu du levain ordinaire.

On les prépare en mélangeant environ 60 parties de crème de tartre en poudre impalpable, 30 parties de bicarbonate de soude et 10 parties de fécule ou de poudre de riz. Ces dernières n'entrent dans le mélange que dans le but de le maintenir sec et d'assurer ainsi sa conservation.

Ces poudres demeurent inertes tant qu'elles sont maintenues sèches ; mais, introduites à la dose de quelques cuillerées dans la masse humide

(1) *J. Pharm. et Chim.*, 1. t. I, p. 438.

de la pâte, elles produisent une vive effervescence par la réaction du bitartrate de potasse sur le bicarbonate de soude qui forme du tartrate neutre de soude et de potasse avec dégagement d'acide carbonique. Cet acide carbonique soulève mécaniquement la pâte en produisant ainsi un des effets principaux du levain.

La préparation et la vente de ces poudres ont donné lieu en Amérique à une industrie importante connexe avec celle du raffinage de la crème de tartre, et la plus grande partie des matières tartreuses brutes qui s'importent dans ce pays trouve son utilisation finale dans la fabrication des *bakings powders* qui est une industrie monopolisée.

Par l'emploi de ces *bakings powders* on évite [1] :

1° L'introduction dans le pain, par la levure, d'une certaine quantité de bactéries qui, malgré la température de cuisson, ne sont pas complètement détruites. Si elles ne sont pas particulièrement dangereuses, elles tendent à produire des fermentations secondaires se continuant après la cuisson et modifiant la saveur du pain ;

2° La panification du pain due à l'indétermination de la quantité d'acide carbonique formé. Le pain étant ainsi tantôt imparfaitement levé et trop lourd, tantôt trop levé et par suite trop léger et acide ;

3° Une perte due à la fermentation alcoolique produite par le levain. Celui-ci, en effet dédouble les sucres contenus dans la farine en fournissant de l'anhydride carbonique et de l'alcool ; on transforme donc un produit nutritif en composés non assimilables. Cette perte est considérable si on envisage les énormes quantités de farines panifiées chaque jour [2].

On a objecté que l'emploi des *backing powders* laissait dans le pain un résidu minéral, celui-ci pouvant être nuisible à l'organisme. Dans le cas présent, la crème de tartre donne un tartrate double de potassium et de sodium ou sel de Seignette laxatif et diurétique, donc sans effet nocif.

On incorpore quelquefois au mélange crème de tartre, bicarbonate de sodium, un peu d'amidon

La crème de tartre employée doit être très pure et exempte de tous métaux ; elle doit contenir 99,5 à 99,8 0/0 de bitartrate.

(1) Fabre, *Revue des Produits chimiques*, n° 10, p. 11 ; 1915.
(2) *Revue des Produits chimiques*, n° 11, p. 165 ; 1918.

FORMULES DE BAKING POWDER [1]

1° *Lands baking powder :*		
Crème de tartre	70	0/0
Bicarbonate de sodium	30	—
2° *Royal baking powder :*		
Crème de tartre	55,25	—
Bicarbonate de sodium	27,50	—
Amidon	17,25	—
3° Acide tartrique	25	—
Bicarbonate de sodium	27	—
Amidon	48	—

Consommation, aux États-Unis, environ 30.000 kilogrammes de crème de tartre par jour.

(1) Fabre, *loc. cit.*

DEUXIÈME PARTIE

MATIÈRES PREMIÈRES

CHAPITRE PREMIER

ORIGINE

Sources de matières tartriques. — Elles se rencontrent principalement dans les baies de fruits aigres, la pulpe de tamarin et des raisins dont elles proviennent généralement.

L'acide tartrique existe dans les différents composants du raisin soit libre, soit combiné (principalement avec la potasse ou la chaux), mais toujours mélangé à un grand nombre d'autres acides organiques et de sels minéraux. Tous ces acides organiques paraissent provenir de l'oxydation du sucre. Leurs principales combinaisons sont avec la potasse que les raisins absorbent du terrain et que les sucs nutritifs transportent dans le fruit durant sa maturation.

L'acide tartrique libre ou combiné se trouve surtout dans la rafle, ou partie ligneuse du raisin, et dans la partie charnue ou pulpe. Sa proportion varie selon les cépages, les terrains, le climat et le degré de maturité de la vendange. Les sols argileux en fournissent les plus grandes quantités.

L'acide libre abonde dans le moût du raisin peu mûr ou vert; mais sa quantité diminue à mesure que le raisin s'avoisine de la maturité et devient plus sucré. Pendant cette même période la quantité de bitartrate de potasse va augmentant.

Résidus de la vinification. — Le moût du raisin contient, outre le sucre, des acides dits libres (tartrique, malique, pectique, tannique, phosphorique, racémique, etc.), des sels acides parmi lesquels le bitar-

trate de potasse (de 6 à 8 grammes par litre) qui fournit plus de la moitié de l'acidité totale, des substances salines (tartrates de chaux, d'alumine, de fer, phosphates, silicates, aluminates, chlorures), et enfin des matières gommeuses, pectiques, mucilagineuses, azotées, albuminoïdes, le tout mélangé à de l'eau.

Toutes ces matières, après la fermentation, se retrouveront partie en dissolution dans le vin, partie mélangées aux résidus de la vinification qui sont représentés par les marcs et les lies.

La solubilité du bitartrate dans l'eau augmente avec l'élévation de température ; elle est moindre dans un liquide alcoolique et devient nulle dans l'alcool pur. Donc, par suite de l'augmentation de température produite par la fermentation, tout le bitartrate qui se trouvait dans la vendange a pu se dissoudre ; mais, au fur et à mesure que la formation alcoolique va augmentant, une partie de ce même bitartrate est de nouveau insolubilisée et vient se mélanger aux marcs tandis que l'autre partie, la plus importante, reste dans le vin. Par suite du refroidissement, une certaine quantité de ce bitartrate précipitera avec les lies, et plus tard, après la fermentation lente qui augmentera encore la force alcoolique du vin, une nouvelle précipitation se produira et formera contre les parois des fûts une croûte cristalline qu'on appelle le *tartre brut*.

De la quantité de raisins capable de fournir 1 litre de vin de cépage du midi de la France, on peut extraire, d'après Chancel, 8 à 9 grammes de bitartrate de potasse. Le vin correspondant en tient en dissolution de 4 à 5 grammes après la fermentation tumultueuse, 2 grammes après la fermentation lente, et cette quantité peut même descendre jusqu'à 1 gramme avec le temps.

Sur 7 grammes de bitartrate par litre que contient moyennement un moût avant sa fermentation, on peut compter la répartition suivante :

Marcs	1 gramme
Lies	2 —
Tartre brut	2 —
Vin	2 —
	7 grammes

CHAPITRE II

TRAITEMENT DES RÉSIDUS DE LA VINIFICATION

MARCS

Composition. — On désigne sous le nom de marcs les résidus solides de la vendange; ils comprennent les rafles, les pellicules, les pépins et les débris de la pulpe de raisin qui contenait primitivement le moût.

Cent kilogrammes de vendange donnent environ 20 kilogrammes de marc frais pressé, et, quelle que soit la puissance des appareils qui pressurent ce marc, il retient toujours 50 0/0 de vin.

La composition moyenne de 100 kilogrammes de marc frais peut être admise comme suit :

Rafles	13	kilogrammes
Peaux	25	—
Pépins	12	—
Vin	50	—
	100	kilogrammes

Le marc contient 2 à 3 0/0 de bitartrate mêlé intimement et souvent même cristallisé à l'intérieur des rafles; moins si la fermentation a été brève, davantage si elle a été prolongée. Il renferme aussi du tartrate de chaux en proportion variable, mais qui est très élevée lorsqu'on a pratiqué le plâtrage de la cuvée.

Enfin le marc contient l'alcool du vin qui l'imprègne ainsi que du sucre susceptible de se transformer plus tard en alcool. Les moyens d'extraction de ces produits, qui constituent dans certains pays une véritable industrie agricole, seront examinés ci-après.

Conservation. — Généralement le traitement des marcs en vue de la récupération de l'alcool ou des matières tartriques ne se fait que quelques mois après la vendange et, pour être conservés, on doit soigneusement tenir ces marcs à l'abri du contact de l'air. Ceci est d'une

importance considérable, car le marc est sujet à deux sortes de fermentations : la *fermentation acétique*, qui, par oxydation, transforme l'alcool en acide acétique, et la *fermentation propionique*, qui détruit rapidement et complètement l'acide tartrique et ses composés. On est donc exposé à perdre ainsi les deux éléments qui constituent la valeur commerciale du marc.

Le meilleur mode de conservation du marc est l'*ensilage* dans des fosses de 4 à 5 mètres de profondeur, dont les parois sont faites en maçonnerie de ciment recouverte d'un bon enduit qui en assure l'étanchéité. Ces silos mesurent 2 à 3 mètres de largeur, ils sont rectangulaires et ont une longueur qui varie avec la disposition des lieux ou les besoins. Au moyen de forts madriers de bois qui s'engagent dans des rainures ménagées dans la maçonnerie, on divise leur longueur en un certain nombre de compartiments qui forment autant de silos d'une contenance de 20 à 25 tonnes. Un mètre cube de marc pressé pèse 800 kilogrammes. Le volume de silos nécessaire pour une tonne est donc de $1^{m3},250$.

Dès sa sortie du pressoir, le marc est transporté dans les silos où on l'étend en couches successives bien réparties, que l'on tasse fortement avec les pieds, en évitant les vides et en désagrégeant toutes les parties agglomérées. La couche supérieure est recouverte d'un lit de paille et, par-dessus, d'une épaisseur de $0^m,20$ d'argile ou terre glaise en pâte bien battue sur laquelle on met encore $0^m,04$ à $0^m,05$ de sable que l'on maintient toujours humide pour empêcher les crevasses qu'occasionnerait la dessiccation de l'argile.

Ainsi entassé, le marc entre en fermentation lente, et les matières sucrées qu'il contient se transforment en alcool avec production d'acide carbonique. Celui-ci doit pouvoir se dégager librement, autrement il exercerait à l'intérieur de la masse une pression qui soulèverait la couche d'argile et la désagrégerait. Dans ce but, on ménage sur la surface du silo une ou plusieurs cheminées formées, par exemple, de simples tubes que l'on peut munir d'une fermeture hydraulique.

La fermentation dure seulement quelques jours ; lorsqu'il ne se dégage plus d'acide carbonique, on enlève les cheminées et on ferme hermétiquement leurs ouvertures avec de l'argile.

Le marc peut se conserver ainsi plusieurs mois sans risque d'altération.

Distillation. — Deux méthodes sont employées pour la distillation du marc, l'une qui consiste à le distiller directement, en nature, l'autre à ne distiller que le liquide vinique obtenu par diffusion, macération ou lixiviation du marc à l'eau, jusqu'à épuisement complet du vin ou de l'alcool qu'il contient.

Pour faire cette lixiviation, on place en batterie huit à dix cuves, munies de faux-fonds perforés, que l'on remplit de marc d'une façon bien homogène et sans le tasser. Ces cuves communiquent entre elles au moyen de tubes à grande section, disposés de telle façon que l'eau parcourt successivement toutes les cuves de bas en haut, en traversant toute la couche de marc et s'enrichissant au fur et à mesure de son avancement jusqu'à acquérir, à la sortie de la dernière cuve, le même degré alcoolique du vin qui était retenu par le marc.

Lorsque la première cuve est épuisée, la deuxième reçoit l'eau vierge et devient tête de série, et la première étant rechargée de marc neuf reçoit le liquide qui a traversé toutes les autres. C'est un lavage méthodique. La circulation de l'eau peut se faire d'une façon continue ou intermittente; dans ce dernier cas, on met dans le premier vase un volume déterminé d'eau qui déplacera successivement le même volume de liquide dans toutes les autres cuves. On laisse macérer pendant deux ou trois heures suivant la richesse du marc, et on introduit un nouveau volume d'eau.

Ce liquide vinique, ou *piquette*, fournit à la distillation une eau-de-vie de qualité comparable à celle du vin primitif, tandis que l'eau-de-vie résultant du marc distillé directement contient toujours des huiles essentielles et un goût empyreumatique qui la rend impropre à la préparation du cognac.

Pratiquement, on compte que 100 kilogrammes de marc pressé, provenant d'un vin à 12° d'alcool, rendent 35 à 40 litres de liquide alcoolique, et par conséquent moyennement 4 kilogrammes à $4^{kg},5$ d'alcool anhydre ou absolu.

Cette méthode par diffusion ne permet guère l'extraction économique des matières tartriques, car le liquide vinique dissout très peu de crème de tartre, et il faudrait par conséquent reprendre les marcs épuisés et les traiter de nouveau seulement en vue de cette extraction. C'est pourquoi on préfère le plus souvent la distillation directe des marcs, qui est plus simple et donne un meilleur rendement, puisqu'elle permet d'obtenir les deux produits *alcool* et *tartre* presque simultanément.

La distillation directe peut se faire à feu nu ou à la vapeur.

Pour distiller à feu nu, on se sert d'un alambic qui porte intérieurement un panier perforé dans lequel sont placés les marcs à distiller de façon qu'ils soient complètement isolés du fond de la chaudière pour éviter les coups de feu. Quelquefois le panier est remplacé par un faux fond perforé. Dans tous les cas, la charge est toujours additionnée d'environ un tiers de son volume d'eau.

Avec les appareils à feu nu, il est difficile d'éviter que le marc ne vienne au contact des parois surchauffées de la chaudière, provoquant ainsi la distillation des huiles essentielles qui souillent l'eau-de-vie; aussi

donne-t-on le plus souvent la préférence aux appareils de distillation à vapeur dont le fonctionnement très simple et le rendement élevé se prêtent mieux à un grand travail industriel.

On fait généralement la distillation continue au moyen de trois vases

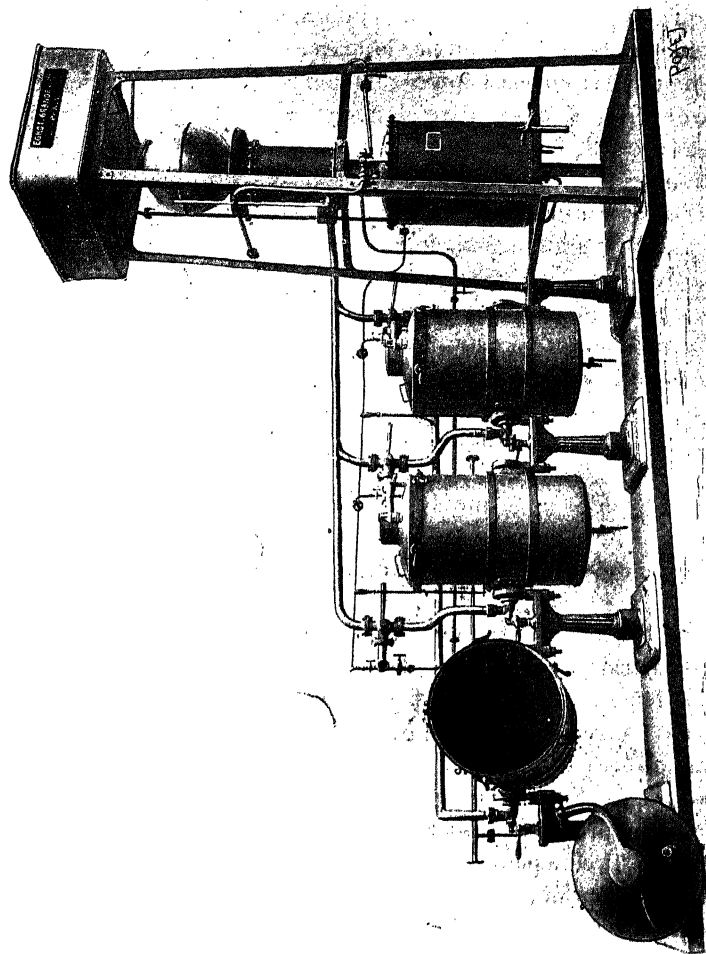



Fig. 2. — Appareil Egrot et Grangé pour la distillation des marcs.

de bois ou de cuivre munis de faux fonds perforés et montés en batterie. Les vases de bois sont fixes et portent des trous d'homme pour le chargement et le déchargement du marc; les vases de cuivre sont montés sur pivot et la décharge se fait par basculement de l'appareil (*fig.* 2). La vapeur pénètre dans la partie inférieure d'un de ces vases qu'elle traverse

complètement de bas en haut en s'emparant de l'alcool renfermé dans le marc. A leur sortie, ces vapeurs hydroalcooliques sont conduites à la partie inférieure du second, puis du troisième vase ; elles sont dirigées ensuite dans un rectificateur et finalement dans le condenseur qui donne une eau-de-vie de bon goût à 80-85° appelée trois-six de marc.

Lorsque le premier vase est épuisé on change la direction de la vapeur que l'on fait arriver directement au vase n° 2 ; on fait basculer le vase n° 1 qui est rapidement déchargé, on le recharge avec du marc frais, on remet le couvercle, et on lui envoie les vapeurs dégagées par les deux autres vases en fonction.

Aux distilleries de MM. Jimenez et Lamothe, à Manzanarès (Espagne), chaque batterie de trois vases à bascule, ayant pour diamètre $0^{m},800$ et 1 mètre de hauteur cylindrique, traitait de 8 à 9.000 kilogrammes de marc par vingt-quatre heures.

On retire pratiquement 90 0/0 de l'alcool contenu dans les marcs.

Extraction des matières tartriques. — *a) Par cristallisation des vinasses.* — Aussitôt la distillation terminée, on ouvre la chaudière et on fait arriver l'eau chaude du condenseur jusqu'à immersion totale du marc. On remet la vapeur et on porte à l'ébullition que l'on maintient quinze à vingt minutes, temps suffisant pour obtenir la dissolution complète du bitartrate de potasse, et on coule le liquide dans des cuves à cristalliser ouvertes où, par refroidissement, le bitartrate se séparera de son eau-mère. La cristallisation se fait contre les parois et sur le fond de la cuve, mais on la facilite beaucoup en multipliant les centres de cristallisation au moyen de ficelles suspendues dans le cristallisoir. On laisse refroidir trois à quatre jours, puis on retire l'eau-mère saturée dont on se sert pour immerger une nouvelle charge de marc distillé. On détache les cristaux en battant, avec une masse de bois, l'extérieur du cristallisoir; ces cristaux sont lavés et séchés, puis vendus sous le nom de *cristaux de distillerie* ou *d'alambic*. Leur pureté en bitartrate varie de 80 à 90 0/0.

Toutes les impuretés entraînées par le liquide de l'alambic se déposent au fond du cristallisoir, où elles forment une boue visqueuse contenant de 40 à 50 0/0 de bitartrate mélangé à du tartrate de chaux. Cette boue est mise dans des sacs de toile que l'on place dans la cage d'un pressoir pour en extraire le liquide qui est ensuite étendu avec de l'eau acidulée, et saturé à la chaux pour en retirer la matière tartrique à l'état de tartrate de chaux.

Quant au résidu solide sortant du pressoir, il est mis à sécher et constitue une matière première tartrique, que l'on désigne en Italie sous le nom de *limo*.

Après l'extraction du liquide de lavage du marc dans l'alambic, certaines distilleries font un deuxième lavage à l'eau chaude; d'autres, au contraire, se contentent de passer le marc lavé au pressoir et d'en retirer un produit boueux qui vient s'ajouter au limo.

Nous jugeons inutile ce deuxième lavage lorsque le premier a été fait avec un poids d'eau égal à celui du marc, ce qui est bien suffisant, comme le démontrent les calculs suivants :

L'eau bouillante dissout 69 grammes de bitartrate de potassium par litre. Si on emploie pour ce lavage l'eau-mère des cristallisoirs qui en contient déjà 6 grammes et si nous fixons la dissolution totale d'eau bouillante à 50 grammes par litre, chaque litre d'eau enlèverait :

$$50 - 6 = 44 \text{ grammes de bitartrate de potasse.}$$

Or, si nous admettons que 100 kilogrammes de marc renferment 2 kilogrammes ou 2.000 grammes de bitartrate, il suffira pour dissoudre tout ce sel d'une quantité d'eau bouillante égale à :

$$\frac{2.000}{44} = 46 \text{ litres d'eau,}$$

c'est-à-dire une quantité inférieure à celle que l'on est obligé d'employer habituellement pour immerger le marc dans la chaudière.

Il sera bon d'aiguiser cette eau avec $1\frac{1}{2}$ 0/0 d'acide chlorhydrique, ce qui facilitera beaucoup la dissolution et rendra les eaux-mères de plus facile conservation. De 100 kilogrammes de marc distillé on retire pratiquement de 1,5 à 2 kilogrammes de crème de tartre.

L'eau-mère des cristallisoirs ne peut pas resservir indéfiniment pour dissoudre de nouvelles quantités de bitartrate. Après le cinquième passage, elles sont tellement chargées de matières albumineuses et d'impuretés que leur pouvoir dissolvant diminue considérablement. On devra donc retirer journellement $\frac{1}{5}$ du volume total de l'eau-mère que l'on remplacera par de l'eau, et cette quantité d'eau-mère éliminée sera saturée par la chaux pour en extraire les sels tartriques à l'état de tartrate neutre de chaux.

La saturation de ces eaux-mères se fait simplement au moyen d'un lait de chaux que l'on mélange à la masse jusqu'à réaction légèrement acide au papier tournesol. Théoriquement la chaux ne précipite que la moitié de l'acide tartrique, l'autre moitié restant en dissolution à l'état de tartrate neutre de potasse. Cette saturation devrait donc être complétée par le traitement avec un sel soluble de chaux, mais les liquides

contenant, outre l'acide tartrique, divers acides libres ou combinés, ceux-ci réagissent sur la chaux et fournissent généralement la proportion de sel soluble calcique qui est nécessaire pour terminer la réaction.

Du reste, il sera toujours facile, à la fin de la saturation, de faire une petite prise d'essai que l'on filtrera et à laquelle on ajoutera quelques gouttes d'une dissolution de chlorure de calcium. S'il se forme un précipité, ce sera l'indice que tout le tartrate neutre n'est pas transformé, et dans ce cas on ajouterait à la saturation un peu d'acide chlorhydrique et on reprendrait ensuite la saturation avec la chaux.

Dans tous les cas, on notera qu'en l'absence d'acides étrangers dans les liquides on devrait théoriquement, pour 1 kilogramme de bitartrate de potassium, ajouter $0^{kg},6$ d'acide chlorhydrique du commerce et pratiquement la même quantité.

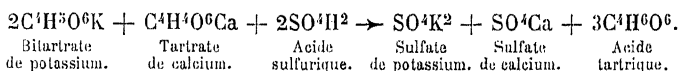
Le tartrate de calcium provenant de cette saturation est lavé, séché et conservé dans un local sec et aéré pour éviter une altération qui se produit très facilement.

b) Méthode Jouette et Ponthèves. — Quand l'acide tartrique se trouve en grande proportion ou même entièrement sous forme de tartrate de chaux insoluble, comme dans les marcs provenant des vendanges plâtrées, le procédé de dissolution et cristallisation que nous venons d'indiquer n'est plus applicable. On emploie alors une des deux méthodes de Jouette et Ponthèves, celle *acide* ou celle *alcaline*.

La méthode acide est basée sur la propriété que possèdent les acides minéraux de dissoudre les sels d'acides organiques et de mettre leur acide en liberté en s'emparant de leur base.

Un kilogramme d'acide chlorhydrique à 20-21° B. dissout environ 1 kilogramme de tartrate de chaux, et 1 kilogramme d'acide sulfurique à 52° en dissout le double.

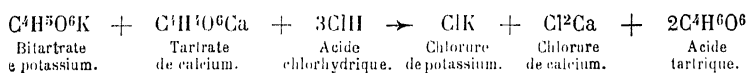
Dans le procédé Jouette et Ponthèves, on met le marc sortant des pressoirs dans des grandes cuves en bois doublées de plomb, et on ajoute de l'eau contenant 2 0/0 d'acide sulfurique concentré de façon à couvrir tout le marc. On chauffe au moyen d'un barboteur de vapeur et on porte à l'ébullition que l'on maintient pendant deux à trois heures. L'acide sulfurique déplace l'acide tartrique du tartrate de chaux et des sels de potasse, et forme des sulfates de chaux et de potasse; l'acide tartrique devient libre et demeure en solution, pendant que, dans ces conditions, l'excès d'acide sulfurique transforme en glucose une certaine quantité de cellulose et de produits pectiques :

$$\underset{\text{Bitartrate de potassium.}}{2C^4H^5O^6K} + \underset{\text{Tartrate de calcium.}}{C^4H^4O^6Ca} + \underset{\text{Acide sulfurique.}}{2SO^4H^2} \rightarrow \underset{\text{Sulfate de potassium.}}{SO^4K^2} + \underset{\text{Sulfate de calcium.}}{SO^4Ca} + \underset{\text{Acide tartrique.}}{3C^4H^6O^6}.$$

Le liquide chaud est envoyé dans un saturateur; on y ajoute celui provenant du marc passé au pressoir; on sature au moyen d'un lait de chaux en procédant comme nous l'indiquerons en détail dans la fabrication de l'acide tartrique, et on obtient finalement tous les produits tartriques précipités à l'état de tartrate de calcium.

Le liquide sucré qui surnage est siphonné et envoyé dans des cuves fermées où on laisse fermenter pendant huit jours; on en distille ensuite tout l'alcool. Quant au dépôt de tartre, il est mélangé avec de l'eau fraîche et passé à travers un filtre-presse où il est lavé soigneusement, puis séché.

Le tartrate de calcium obtenu est toujours mélangé à une certaine quantité de sulfate de calcium qui vient en rabaisser le titre. On pourrait obtenir ce tartrate à un degré de pureté bien plus élevé si, au lieu de l'acide sulfurique, on se servait de l'acide chlorhydrique pour le premier traitement. On aurait dans ce cas, au lieu de sulfate de calcium insoluble, une formation de chlorure de calcium qui resterait dissous dans le liquide, mais alors on ne pourrait plus distiller l'alcool contenu dans le marc, parce que les vapeurs de chlore, qui viendraient s'y mélanger, en feraient un produit sans valeur :

$$C^4H^5O^6K + C^4H^4O^6Ca + 3ClH \rightarrow ClK + Cl^2Ca + 2C^4H^6O^6$$

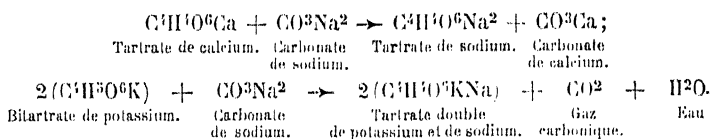
$C^4H^5O^6K$	$C^4H^4O^6Ca$	$3ClH$	ClK	Cl^2Ca	$2C^4H^6O^6$
Bitartrate de potassium.	Tartrate de calcium.	Acide chlorhydrique.	Chlorure de potassium.	Chlorure de calcium.	Acide tartrique.

En employant l'acide chlorhydrique, l'eau sera acidifiée à 4 0/0 d'acide 20/21° B.

Si les marcs contenaient beaucoup de sels de magnésie et des matières pectiques, l'action de l'acide minéral sur les produits tartriques serait très diminuée et on obtiendrait des résultats médiocres. Dans ce cas, MM. Jouette et Ponthèves conseillent de remplacer l'acide minéral par le carbonate de soude en quantité telle qu'après trois heures d'ébullition le liquide donne une réaction neutre. Le tartrate de calcium serait ainsi transformé en carbonate de calcium qui précipiterait et en tartrate de soude soluble, et le bitartrate de potassium en tartrate double de sodium et de potassium également soluble :

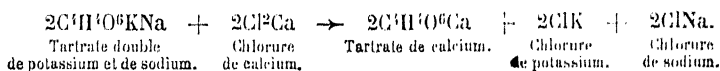
$$C^4H^4O^6Ca + CO^3Na^2 \rightarrow C^4H^4O^6Na^2 + CO^3Ca;$$

$C^4H^4O^6Ca$	CO^3Na^2	$C^4H^4O^6Na^2$	CO^3Ca
Tartrate de calcium.	Carbonate de sodium.	Tartrate de sodium.	Carbonate de calcium.

$$2(C^4H^5O^6K) + CO^3Na^2 \rightarrow 2(C^4H^4O^6KNa) + CO^2 + H^2O.$$

$2(C^4H^5O^6K)$	CO^3Na^2	$2(C^4H^4O^6KNa)$	CO^2	H^2O
Bitartrate de potassium.	Carbonate de sodium.	Tartrate double de potassium et de sodium.	Gaz carbonique.	Eau

La solution est ensuite traitée par le chlorure de calcium qui régénère le tartrate de chaux :

$$2C^4H^4O^6KNa + 2Cl^2Ca \rightarrow 2C^4H^4O^6Ca + 2ClK + 2ClNa.$$

$2C^4H^4O^6KNa$	$2Cl^2Ca$	$2C^4H^4O^6Ca$	$2ClK$	$2ClNa$
Tartrate double de potassium et de sodium.	Chlorure de calcium.	Tartrate de calcium.	Chlorure de potassium.	Chlorure de sodium.

Le tartrate de calcium précipite et il reste en solution dans la liqueur des chlorures de potassium et de calcium. Le tartrate de calcium est lavé et séché. La liqueur, après fermentation, est distillée pour en retirer l'alcool qu'elle contient.

Le Dr Carles (de Bordeaux) a proposé la même méthode à l'acide minéral pour le lavage méthodique des marcs en vue d'en extraire les matières tartriques qu'ils contiennent. Il sature ensuite les liqueurs avec de la chaux, et obtient ainsi le tartrate de calcium. Ce lavage est fait à froid ou à chaud.

c) Méthode Cambiaggi. — M. Cambiaggi a également appliqué dans le Piémont une méthode d'épuisement des marcs dont le principe découle de la méthode alcaline proposée par MM. Jouette et Ponthèves.

Il fait le lavage méthodique du marc avec une solution de carbonate de sodium à 15 0/0; mais, au lieu de traiter le sel de Seignette (tartrate double de potassium et de sodium) par le chlorure de calcium pour le transformer en tartrate de calcium, il ajoute de l'acide sulfurique ou chlorhydrique et il obtient du bitartrate de potassium qui précipite :

$$\text{(I)}\quad \underset{\text{Bitartrate de potassium.}}{2C^4H^5O^6K} + \underset{\text{Carbonate de sodium.}}{CO^3Na^2} \rightarrow \underset{\text{Tartrate neutre de potassium et de sodium.}}{2(C^4H^4O^6KNa)} + \underset{\text{Gaz carbonique.}}{CO^2} + \underset{\text{Eau.}}{H^2O};$$

$$\text{(II)}\quad \underset{\text{Tartrate neutre de potassium et de sodium.}}{2(C^4H^4O^6KNa)} + \underset{\text{Acide chlorhydrique.}}{2ClH} \rightarrow \underset{\text{Bitartrate de potassium.}}{2C^4H^5O^6K} + \underset{\text{Chlorure de sodium.}}{2ClNa};$$

$$\text{(III)}\quad 2(C^4H^4O^6KNa) + \underset{\text{Acide sulfurique.}}{SO^4H^2} \quad 2C^4H^5O^6K + \underset{\text{Sulfate de sodium.}}{SO^4Na^2}.$$

On épuise d'abord les marcs de leur liquide vinique, qui est ensuite distillé ; puis on les traite par le carbonate de soude pour produire les réactions ci-dessus.

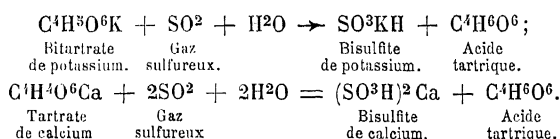
On emploie environ 150-160 litres d'eau pour laver 100 kilogrammes de marc, et cette grande quantité de liquide oblige à saturer les eaux-mères de chaque opération. Le bitartrate obtenu est très riche, mais ce procédé n'a pu recevoir de grandes applications industrielles à cause de la rapide altération des produits tartriques qui fermentent très facilement dans les solutions alcalines.

d) Méthode Ciapetti. — Ce n'est que l'application à l'épuisement des marcs, après leur distillation, du procédé à l'acide sulfureux à froid, breveté en 1885 par M. Gladysz pour l'épuisement des lies, procédé que nous examinerons à la fabrication de l'acide tartrique. Les matières tartriques, traitées par l'acide sulfureux, cèdent leurs bases qui se transforment en bisulfites restant en dissolution en même temps que l'acide tartrique lui-même.

La liqueur sulfo-tartrique est séparée des matières inertes qui accompagnaient les produits tartriques, puis chauffée à la vapeur pour séparer l'acide sulfureux qui servira pour une autre opération. Les bases ainsi libérées de l'acide sulfureux se combinent de nouveau avec l'acide tartrique libre et reforment les sels primitifs, qui sont ainsi facilement séparés.

M. Gladysz fait l'épuisement méthodique des lies et emploie directement le gaz anhydride sulfureux qui barbote successivement dans trois ou quatre absorbeurs placés en batterie, tandis que M. Ciapetti se sert de l'eau saturée de ce gaz pour faire le lavage méthodique des marcs. Les réactions chimiques de ce procédé sont les suivantes :

$$\underset{\text{Bitartrate de potassium.}}{C^4H^5O^6K} + \underset{\text{Gaz sulfureux.}}{SO^2} + H^2O \rightarrow \underset{\text{Bisulfite de potassium.}}{SO^3KH} + \underset{\text{Acide tartrique.}}{C^4H^6O^6};$$

$$\underset{\text{Tartrate de calcium}}{C^4H^4O^6Ca} + \underset{\text{Gaz sulfureux}}{2SO^2} + 2H^2O = \underset{\text{Bisulfite de calcium.}}{(SO^3H)^2Ca} + \underset{\text{Acide tartrique.}}{C^4H^6O^6}.$$

e) Méthode simple et rationnelle. — Pour une installation que nous avons faite à Manzanarès (Espagne), chez MM. Jimenez et Lamothe, nous nous sommes limités au moyen suivant qui nous a donné des résultats très satisfaisants.

Les produits tartriques du marc se composent d'un mélange de bitartrate de potasse et de tartrate de chaux. Le marc est traité exactement comme nous l'avons dit à la page 10, c'est-à-dire distillé à la vapeur au moyen de trois vases en batterie et puis lavé dans les vases mêmes. Mais, à l'eau employée pour immerger le marc après sa distillation, on ajoute, par 100 kilogrammes de marc, 5 kilogrammes d'acide chlorhydrique à 20-21° B. ou 2^{kg},500 d'acide sulfurique concentré.

On laisse bouillir environ une demi-heure, puis on coule le liquide grossièrement filtré dans une cuve où il est saturé à la chaux ou mieux au carbonate de chaux. L'excès d'acide minéral est généralement suffisant pour former le sel soluble calcique nécessaire pour la transformation du tartrate neutre de potasse en tartrate de chaux.

Ce moyen très simple se prête bien aux grandes exploitations; les frais de manipulation et de combustible sont sensiblement les mêmes pour retirer l'alcool et l'acide tartrique ensemble que pour retirer un seul de ces produits.

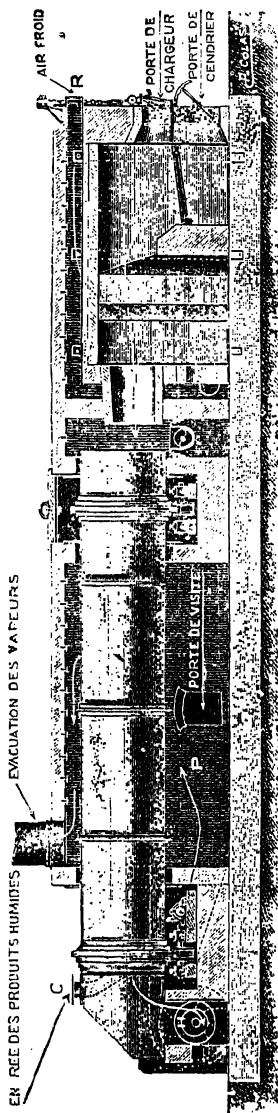
On ne peut guère fixer *a priori* la quantité exacte d'acide minéral à employer, parce qu'elle dépend de la richesse du marc en acide tartrique. Mais on atteindra la quantité voulue pour chaque opération en ajoutant l'acide par petites portions et jusqu'à ce qu'une bande de papier *Congo* trempée dans le liquide en ébullition vire à une coloration bleutée qui

indique un excès d'acide minéral. Suivant la richesse des marcs en acide tartrique, on sature chaque fois l'eau de lavage, ou bien on se sert plusieurs fois de la même eau avant d'en faire la saturation.

Utilisation des marcs épuisés. — Le marc après sa distillation et l'extraction de l'acide tartrique constitue un résidu pouvant représenter une valeur non indifférente. On a proposé de l'employer pour la nourriture des moutons en le mélangeant avec du sel dénaturé à l'aide du tourteau ; on a proposé aussi de le transformer en engrais, mais il ne paraît guère que ces moyens d'utilisation aient eu quelques succès. L'emploi le plus généralisé dans les distilleries est de s'en servir comme combustible après l'avoir laissé exposé à l'air pendant un certain temps pour obtenir une dessiccation partielle.

Cet emploi comme combustible pourrait être assez avantageux si on installait un foyer à grilles étagées du système Godillot analogue à ceux employés dans les sucreries de cannes pour brûler les bagasses faisant jusqu'à 50 0/0 d'humidité, ce qui correspond à peu près à l'eau retenue par le marc à sa sortie de l'alambic.

Marcs mélassés. — Mais le meilleur et le plus rémunératif moyen d'utilisation du marc est de le sécher, le réduire en poudre et le mélanger à la mélasse pour en faire un aliment sucré pour les animaux et spécialement pour les chevaux.

Le marc de raisin simplement séché possède par lui-même une valeur nutritive bien supérieure à la paille de blé et même du foin. Après l'incorporation de la mélasse, ce produit, d'après les analyses de M. Grandeau, inspecteur général des stations agronomiques, possède une composition lui permettant d'être comparé à l'avoine.

Une société s'est constituée en France il y a quelques années pour l'exploitation des marcs mélassés préparés dans la région de l'Est et principalement à Nancy

En Espagne, MM. Jimenez et Lamothe transforment également en aliments sucrés tous les marcs provenant de leurs distilleries.

Voici comment se préparent les marcs mélassés :

Les marcs sortant de l'alambic à 50 0/0 d'eau sont séchés dans un appareil mécanique du système Devaux (*fig.* 3) constitué par un cylindre tournant en fer portant à l'intérieur des pelles qui remuent constamment la matière et la poussent lentement vers la sortie. Ce séchoir est continu. La matière introduite à une extrémité par un distributeur automatique est complètement desséchée en arrivant à l'autre extrémité. Les gaz chauds du foyer sont aspirés par un ventilateur dans le cylindre même qu'ils parcourent en se mélangeant à la matière et s'échappent par une cheminée en même temps que la vapeur d'eau qu'ils entraînent.

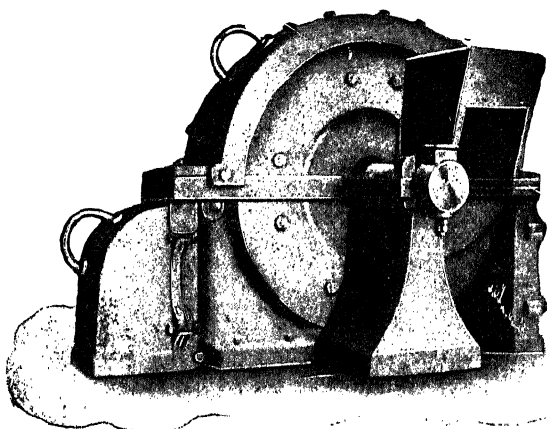



FIG. 4. — Broyeur Carter pour la pulvérisation des marcs desséchés.

Le marc séché passe ensuite dans un broyeur Carter ou Loiseaux (*fig.* 4), où il est réduit en poudre fine. Dans cet état il prend une bonne odeur rappelant celle du café torréfié. On mélange cette poudre avec 25 à 30 0/0 de mélasse en se servant d'un appareil intermittent pétrisseur-mélangeur de Werner-Pfeiderer (*fig.* 5 et 6), ou d'un mélangeur continu de Denis (*fig.* 7 et 8).

Le pétrisseur de Werner-Pfeiderer est constitué par une cuve formée de deux demi-cylindres tangentiels dans lesquels tournent à des vitesses différentes deux palettes de forme spéciale. Ces palettes ont leur mouvement réversible ; on les fait tourner tantôt dans un sens, tantôt dans le sens opposé, et on peut même les arrêter avec un seul mouvement

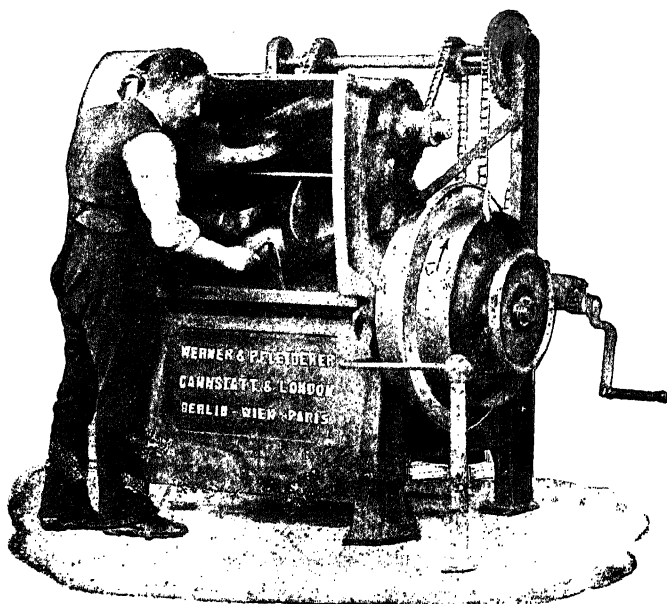
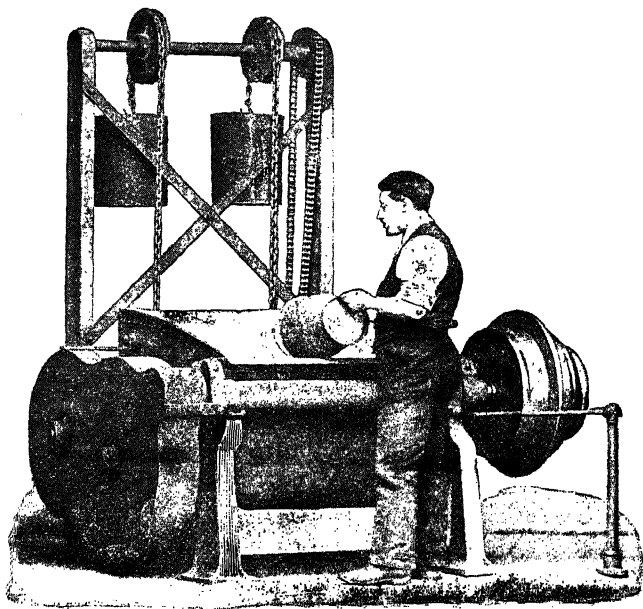



Fig. 5 et 6. — Pétrisseur-mélangeur Werner-Pfeiderer.

d'embrayage. Quand le mélange est terminé, on fait basculer l'appareil dont la décharge se fait automatiquement.

Le mélangeur Denis se compose d'une cuve très longue formée de deux demi-cylindres tangentiels dans lesquels se meuvent deux arbres parallèles munis de palettes qui retournent et mélangent continuellement la masse tout en la faisant circuler. L'appareil simple est intermittent; mais, en superposant deux appareils semblables et en leur donnant un mouvement opposé. on en fait un ensemble continu. La cuve en tôle et les palettes en fonte de cet appareil sont émaillées, ce qui empêche le collage de la matière et permet un nettoyage facile.

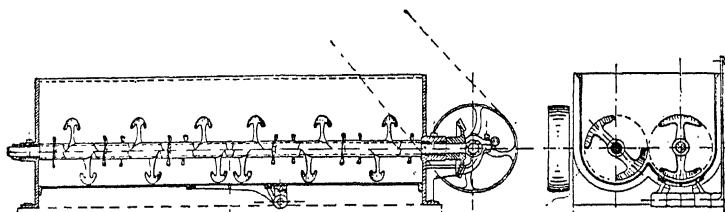



Fig. 7 et 8. — Mélangeur Denis.

Un cylindre sécheur de diamètre $1^m,10$ et 10 mètres de longueur donne 250 kilogrammes de marc sec à l'heure.

Un broyeur Carter n° 0 réduit en poudre 250 à 280 kilogrammes de marc sec à l'heure.

Un pétrisseur-mélangeur Werner-Pfeiderer d'une capacité de 400 litres donne 150 kilogrammes de marc mélassé en une opération qui dure une demi-heure.

Les dépenses pour préparer 100 kilogrammes de marc mélassé sont les suivantes (1912).

	MAIN-D'ŒUVRE	COMBUSTIBLE	FORCE MOTRICE
Séchage du marc à 50 0/0 d'eau.........	$0^f,50$	$1^f,50$	$0^f,30$
Mouture marc sec......................	0 40	»	0 30
Mélange marc moulu et mélasse.........	0 50	»	0 10
	$1^f,40$	$1^f,50$	$0^f,70$
Dépense totale pour la préparation..........		$3^f,60$	

Le combustible est du coke de gaz à 25 francs la tonne.

La force motrice est supposée fournie par l'électricité comptée à 0 fr. 22 le kilowatt-heure de force.

Voici les résultats des analyses de ces marcs mélassés faites simultanément aux stations agronomiques de Madrid et de Rouen et à la Société des Agriculteurs de France.

	EAU	MATIÈRES MINÉRALES	GRAISSES	MATIÈRES PROTÉIQUES	CELLULOSES BRUTES	HYDRO-CARBURES
MARC SEC ET MOULU						
Station agronom. de Madrid..	8,78	4,73	7,10	9,73	31,6	38
— — de Rouen...	6,3	12,5	8,10	12,2	22,2	38,7
Soc. des Agricult^rs de France..	6,8	14,1	5	12,12	19,14	42,8
MARC MÉLASSÉ						
Station agronom. de Madrid..	13,37	6,57	5,86	9,44	26	38,7
— — de Rouen...	10	11,6	5,8	9,7	15,9	47
Soc. des Agricult^rs de France..	10,8	13,7	4,10	10,68	14,4	46,3

LIES

Formation et séparation des lies. — Après son décuvage, le vin contient encore une certaine quantité de sucre qui a échappé à la première fermentation dite tumultueuse. Ce sucre est transformé peu à peu en alcool par une seconde fermentation dite *lente* ou *insensible*, qui se poursuit jusqu'aux premiers froids. A ce moment une période de calme se produit, le vin s'éclaircit, et les matières insolubles rendues plus denses par l'abaissement de la température se précipitent et forment au fond des vases vinaires une masse boueuse que l'on désigne sous le nom de *lie*. On profite de la période de calme qui se produit habituellement en décembre pour soutirer et transvaser le vin et le séparer de la lie.

Mais une nouvelle fermentation également suivie d'une période de calme ne tarde pas à se produire dans le vin transvasé en décembre, et on obtient une nouvelle quantité de lie par les transvasements et les soutirages de mars.

Au cours de ces fermentations tardives, le titre alcoolique du vin s'est accru et a produit l'insolubilisation d'une partie du bitartrate en dissolution, lequel, en précipitant, vient se mélanger à la lie déjà déposée.

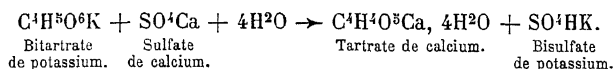
Ces lies, riches en bitartrates, sont appelées *grosses lies* ou *lies de soutirage*, pour les distinguer de celles formées plus tard par les clarifications, lesquelles n'ont aucun intérêt au point de vue tartrique.

Ces lies sont pressées dans des sacs en toile pour en extraire le vin. Les lies gommeuses, riches en matières pectiques, filtrent difficilement. Ces dernières sont appelées *lies de fouet ou de collage;* elles contiennent peu de matières utiles, mélangées à beaucoup d'albumine, et d'autres matières organiques qui les rendent visqueuses et putrescibles et sont souvent trop impures pour subir un traitement.

La composition des lies est très complexe ; leur formation provient de l'insolubilisation des matières azotées, albuminoïdes, gommeuses, pectiques, colorantes, celluloses, des sels de chaux, de potasse, de magnésie qui se trouvaient dans le moût, des ferments morts, etc. On les appelle *lies liquides*, *lies pâteuses* ou *lies sèches*, suivant la forme sous laquelle elles se présentent dans le commerce.

Elles contiennent moyennement 24 0/0 sur le sec d'acide tartrique à l'état de bitartrate de potasse ou de tartrate de chaux et, plus souvent, en un mélange de ces deux sels en proportion variable suivant leur provenance ou les méthodes de vinification qui ont été employées.

Lorsqu'on a pratiqué le plâtrage excessif de la vendange, comme dans certaines régions de l'Espagne et de la Sicile, il peut arriver que les lies contiennent exclusivement du tartrate de chaux, tout le bitartrate ayant été transformé d'après la réaction suivante :

$$\underset{\text{Bitartrate de potassium.}}{C^4H^5O^6K} + \underset{\text{Sulfate de calcium.}}{SO^4Ca} + 4H^2O \rightarrow \underset{\text{Tartrate de calcium.}}{C^4H^4O^5Ca, 4H^2O} + \underset{\text{Bisulfate de potassium.}}{SO^4HK}.$$

Les lies retirées des soutirages sont mises en repos dans des tineaux pour en décanter la partie claire du vin qui se sépare par différence de densité. La matière pâteuse du fond, ou lie liquide, contient 75 0/0 de vin ; elle est enfermée dans des sacs de toile forte, de préférence sans couture, que l'on place dans la cage d'un pressoir. La pression doit être faible au commencement et on l'augmente progressivement en laissant un certain temps d'arrêt entre chaque pression pour que le liquide s'écoule librement. Dans une exploitation industrielle, l'emploi du filtre-presse est tout indiqué ; l'alimentation se fait au moyen d'une pompe de pression munie d'une soupape de sûreté qui agit quand le filtre est rempli à la pression désirée. Les lies pressées contiennent encore 40 à 50 0/0 de vin.

Un hectolitre de vin donne moyennement :

Vin du midi de la France	2 litres de lie liquide	
Vins d'Espagne et d'Italie............	4 —	—
Vinification en blanc en Sicile	6 —	—

ce qui correspond respectivement à $0^{kg},500$, 1 kilogramme et $1^{kg},500$ de lie sèche par hectolitre.

Distillation des lies et extraction des matières tartriques. — On peut retirer pratiquement de la lie en pâte 2 à 4 0/0 d'alcool par distillation.

Cette distillation peut se faire à feu direct; mais, dans les grandes installations, on emploie toujours la vapeur. Pour distiller à feu direct, on

dilue la lie en pâte avec 1,5 à 2 fois son poids d'eau : on doit adopter un alambic muni d'agitateur que l'on fait fonctionner jusqu'à ce que le liquide entre en ébullition, car sans cette précaution on risquerait fort de brûler le fond de la chaudière.

Pour la distillation à vapeur, on se sert d'une cuve en bois hermétiquement fermée portant à l'intérieur un serpentin en cuivre et un barboteur à vapeur. Le tube de dégagement des vapeurs communique directement avec un serpentin réfrigérant, et le liquide alcoolique traverse à sa sortie du serpentin une série de vases florentins qui retiennent l'éther œnanthique entraîné en assez grande quantité.

La lie humide en sortant du pressoir est diluée avec 2 fois son poids d'eau dans une cuve à agitateur d'une capacité de 60 hectolitres environ. Un tuyau de vidange de $0^m,08$ à $0^m,10$ de diamètre, déverse la lie diluée sur un châssis à toile métallique qui retient les grosses impuretés. La dilution est ensuite envoyée dans la cuve ou alambic à distiller, munie d'un gros robinet de vidange servant à vider la charge, quand elle est épuisée d'alcool, dans un autoclave où elle est soumise pendant un certain temps à une cuite à vapeur pour détruire autant que possible les matières pectiques, mucilagineuses, les gommes, etc., qui gêneraient plus tard la filtration. Cet autoclave a un diamètre de $1^m,300$ et une longueur de 4 mètres; on y porte la pression jusqu'à 4 ou 5 atmosphères. Après sa cuite, la charge est envoyée dans un réservoir supérieur où on ajoute une quantité convenable d'acide minéral qui dissout les matières tartriques, et on la fait écouler dans un filtre-presse. Le tourteau est soigneusement lavé. Les liquides de premier jet et les lavages sont envoyés à la saturation pour être dépouillés de l'acide tartrique qu'ils renferment, lequel précipite à l'état de tartrate de chaux.

Ce système de traitement des lies n'est en somme que le procédé à haute pression de Dietrich, employé quelquefois pour la fabrication de l'acide tartrique. MM. Jimenez et Lamothe en ont fait une importante application à Manzanarès (Espagne).

Pour bien conduire la distillation, on commence par mettre la vapeur dans le barboteur afin d'agiter la masse en la réchauffant; lorsqu'on a atteint l'ébullition, on ferme le barboteur et on se sert du seul serpentin comme moyen de chauffage.

La distillation doit être menée lentement ; l'eau-de-vie traverse à sa sortie les vases à éther. Quand le degré de l'eau-de-vie diminue, l'éther œnanthique commence à former une couche qui surnage sur la surface du liquide contenu dans les vases florentins ; on pousse la distillation jusqu'à ce que l'eau qui distille ait perdu l'odeur caractéristique de l'éther ; on évacue alors la charge dans l'autoclave où on l'abandonne pendant un certain temps à l'action de la vapeur sous pression.

Vers la fin de la distillation, on sépare les liquides alcooliques faibles pour ne pas trop abaisser le titre de l'eau-de-vie. Ces liquides faibles sont utilisés pour la dilution d'une nouvelle charge de lie.

Il n'est pas possible de fixer *a priori* le temps pendant lequel la lie, après sa distillation, devra rester soumise à la cuisson à vapeur, pas plus que la pression qui doit être employée. Tout dépend de la nature et de la composition de cette lie. On suit la marche de l'opération au moyen d'échantillons que l'on prélève de temps à autre et que l'on filtre au laboratoire. Suivant le temps employé par cette filtration on juge si la cuisson est ou non suffisante. Moyennement il faut compter sur une cuisson de quatre à cinq heures avec une pression de vapeur de 4 à 5 atmosphères.

Quand la cuisson est terminée, on tombe la pression de la vapeur jusqu'à 1 atmosphère et demie et, se servant de l'autoclave comme monte-jus, on envoie la charge dans un réservoir en bois doublé de plomb qui sert pour alimenter le filtre-presse.

On ajoute approximativement à la charge autant de kilogrammes d'acide chlorhydrique à 20-21° B. qu'il s'y trouve de bitartrate de potasse; on brasse énergiquement le tout pour favoriser la dissolution des sels tartriques et, après s'être assuré, au moyen du papier Congo, que l'acide minéral se trouve en excès, on envoie la charge dans le filtre-presse.

Le tourteau est lavé à l'eau chaude à 50-60° de température.

Les eaux de lavage supérieures à 2° ou $2° \frac{1}{2}$ B. sont réunies au liquide de premier jet; au-dessous de 2°, on les met de côté et on s'en sert pour les premiers lavages d'une opération suivante ou pour la dilution de l'acide chlorhydrique.

Les liquides forts sont saturés comme il sera dit dans la fabrication de l'acide tartrique et le tartrate de chaux, lavé et séché, est conservé dans un endroit sec.

Moyennement, 100 kilogrammes de lie en pâte donnent à la distillation 2 à 3 litres d'alcool pur, 30 à 40 grammes d'éther œnanthique et 15 à 20 kilogrammes de tartrate de chaux à 50 0/0 d'acide tartrique.

Conservation et dessiccation. — Par suite de la grande quantité de substances organiques qui les composent et de la présence des phosphates qui les accompagnent toujours, les lies, à l'état humide, sont facilement altérables, et les dérivés tartriques qu'elles contiennent sont bientôt attaqués jusqu'au point de disparaître complètement. Aussi doit-on les dessécher le plus rapidement possible.

Si pourtant des circonstances spéciales devaient retarder cette dessiccation, on pourrait conserver sans danger ces lies pendant quelques

mois, mais à la condition de les soustraire complètement au contact de l'air. Sans cette précaution, les lies s'échaufferaient et seraient promptement envahies et détruites par les bactéries de la fermentation tartrique.

Pour conserver les lies, on les tasse fortement par couches successives de faible épaisseur dans des fosses cimentées, et on recouvre la couche supérieure d'une épaisseur de $0^m,05$ de sciure de bois bien battue, préalablement humectée d'eau à 10 0/0 d'acide chlorhydrique. On peut aussi placer la lie dans des tonneaux auxquels on a enlevé un fond; on remet ce fond après tassement et on dépose les tonneaux dans un endroit frais et bien aéré. Dans cet état, les lies peuvent être conservées pendant un an sans danger.

Cette conservation ne peut avoir d'autre but que d'attendre une saison propice pour sa dessiccation, car les lies fraîches ne sont pas employées par l'industrie tartrique, excepté dans quelques fabriques qui se trouvent dans le pays même de leur production En cas de transport, on devra employer des fûts ne dépassant pas 200 à 300 kilogrammes, parce que de plus grandes masses seraient exposées à s'échauffer.

La dessiccation des lies se fait communément sur des aires exposées au soleil; on les réduit en menus morceaux que l'on retourne fréquemment jusqu'à complète siccité.

Souvent, et spécialement quand le temps n'est pas favorable, on étend la lie dans une chambre chauffée par un calorifère et munie d'ouvertures supérieures et inférieures qui facilitent le renouvellement de l'air.

Enfin on emploie aussi des étuves à air chaud où la lie étalée en couches minces sur des toiles ou des claies superposées cède son humidité à un courant d'air chaud et sec envoyé par un ventilateur ; ceci constitue déjà un progrès appréciable, mais on perd toujours tout l'alcool qui est évaporé.

Malgré les avantages qui résulteraient d'un prix moins élevé, le fabricant achète difficilement les lies en pâte; c'est pourquoi cette matière première ne se trouve pas sur les marchés. Les lies en pâte sont très collantes et contiennent une grande quantité de matières pectiques qui rendent leur filtration et leur épuisement presque impossibles. On leur préfère les lies sèches dont le grand état de division au contact de l'air produit l'oxydation d'une partie des substances albuminoïdes, colorantes, tanniques, sels de fer et d'alumine, ce qui les rend plus facilement insolubles.

Pourtant les fabriques placées dans les centres vinicoles auraient un grand avantage à acheter la lie humide et à en faire le séchage dans des appareils industriels. Elles obtiendraient ainsi la matière sèche à un prix plus rémunérateur, même en abandonnant l'alcool.

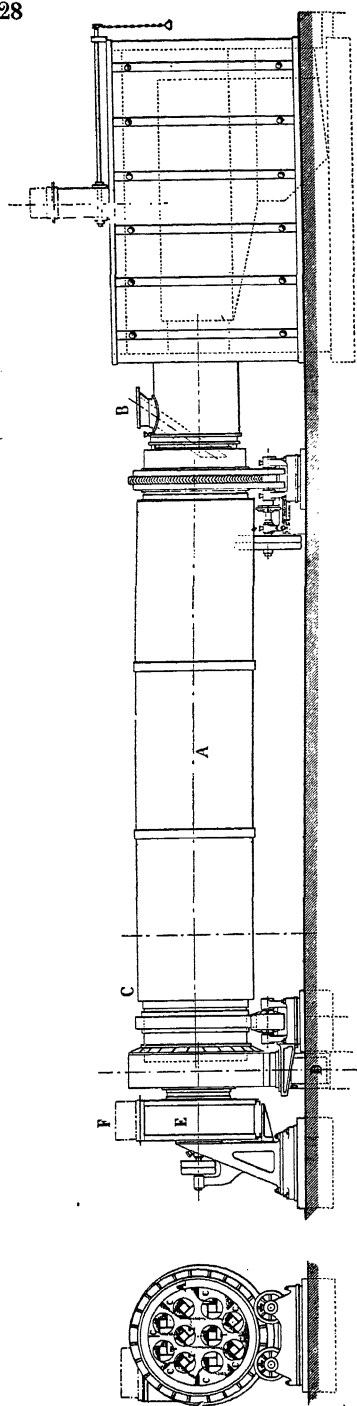



Fig. 9. — Séchoir rotatif à faisceau intérieur, système Poncet, construit par la Société d'Études spéciales et d'Installations industrielles, à Paris.

Un appareil indiqué pour ce travail est le séchoir Poncet construit par la Société d'études spéciales et d'installatious industrielles de Paris (*fig.* 9). C'est un cylindre tournant ayant à l'intérieur un faisceau de tubes à section carrée avec côtés prolongés faisant corps avec le cylindre et ayant par conséquent le même mouvement de rotation. Le séchoir est continu. Les gaz chauds venant d'un foyer sont aspirés par un ventilateur et traversent le cylindre dans toute sa longueur. Le produit est constamment retourné dans ces gaz chauds, et pris et repris en couches minces par la grande surface que forment les éléments du faisceau.

Un appareil de 1^{m},400 de diamètre et de 10 mètres de longueur peut sécher environ 500 kilogrammes à l'heure de lie à 50 0/0 d'humidité avec une consommation de 50 kilogrammes de coke.

Cet appareil a toutes ses parties métalliques en contact avec la lie qui sont recouvertes d'un émail très résistant à la chaleur. Le produit est donc obtenu sans contamination de métaux.

Les lies sèches sont ensachées et déposées ensuite dans un endroit sec, bien aéré, à l'abri de l'humidité extérieure et de préférence sur un plancher. On se souviendra qu'une légère humidité attire sur les lies sèches des moisissures qui se développent au détriment du tartre dont la décomposition s'opère très rapidement dans ces conditions

CHAPITRE III

MATIÈRES PREMIÈRES POUR L'INDUSTRIE TARTRIQUE

Les matières premières pour l'industrie tartrique se divisent en trois catégories principales par ordre d'importance :

1° Les *lies*, contenant de 18 à 30 0/0 de bitartrate de potassium $C^4H^5O^6K$;

2° Les *flancs*, contenant de 30 à 60 0/0 ;

3° Les *tartres*, contenant de 60 à 90 0/0.

A côté du bitartrate de potassium, il y a toujours un peu de tartrate de calcium en quantité variable selon les terrains ou suivant que le vin a été plâtré ou non. Dans ce dernier cas, la quantité de tartrate de chaux dans les tartres bruts peut atteindre 75 0/0.

Lies sèches. — La lie sèche est la matière première la plus importante de l'industrie tartrique qui tend de plus en plus à la substituer au tartre brut dont le prix, pour une même quantité d'acide, est bien plus élevé.

Les lies sèches se trouvent dans le commerce sous l'apparence de petits morceaux informes, de la grosseur d'une noix de couleur rougeâtre ou jaunâtre, suivant qu'elles proviennent de vin rouge ou blanc.

Leur composition est très complexe. Elles contiennent des ferments, des résidus de raisins, filaments, peaux, pépins ; des substances mucilagineuses et albuminoïdes libres ou combinées, substances tanniques diverses, matières colorantes libres ou en laques insolubles ; des sels organiques de potasse et de chaux, tartrates, malates, succinates, tannates, pectates ; des sels minéraux, sulfures et tartrates de cuivre, phosphates de chaux et de fer, alumine, etc..., et enfin des matières introduites accidentellement au cours de la vinification, comme soufre, sable, parties terreuses, etc...

Leur valeur commerciale est en rapport avec la quantité de bitartrate de potasse ou de tartrate de chaux qu'elles contiennent. La proportion de

ces deux sels varie suivant la nature des vins, les pays de production et les procédés de vinification employés.

Les lies provenant de vin non plâtré ont la majeure partie de leur contenu tartrique sous forme de bitartrate de potasse et sont recherchées plus spécialement par les fabricants de crème de tartre. Celles provenant de vins plâtrés contiennent surtout du tartrate de chaux et conviennent pour les fabricants d'acide tartrique.

Les lies abondent en Italie et en Espagne; comme importance, la France vient en troisième ligne.

Les meilleures qualités se trouvent en Italie. Les lies italiennes contiennent couramment de 25 à 30 et même 35 0/0 de bitartrate mélangé à 5 0/0 de tartrate de chaux. Elles sont faciles à travailler, aussi s'en sert-on souvent pour les mélanger à d'autres de traitement difficile.

Les lies françaises ressemblent à celles d'Italie, mais sont en général moins riches. Leur teneur varie de 20 à 25 0/0 de bitartrate et 3 à 4 0/0 de tartrate de chaux. Quant aux lies espagnoles, elles contiennent surtout du tartrate de chaux, mais elles sont très gommeuses et par conséquent d'un travail très pénible. Pourtant leur prix plus bas que celui des lies italiennes les fait souvent préférer à celles-ci sur les marchés étrangers.

La teneur moyenne des lies des différents pays de production est la suivante :

		Bitartrate de potassium 0/0 en poids	Tartrate de calcium 0/0 en poids	Acidité totale calculée en acide tartrique 0/0
France	Lie non plâtrée..	23	3	20,2
	Lie plâtrée	10	20	20
Italie....................		28	5	25,4
Espagne (Manche)........		8	26	22,4

Les lies contiennent beaucoup d'impuretés qui gênent parfois la fabrication de l'acide tartrique.

Les principales sont :

L'alumine, pouvant atteindre ...	1 à 2 0/0 du poids de la lie	
L'acide phosphorique...........	1 à 2 0/0	—
L'oxyde de fer..................	0,5 à 1 0/0	—

Tartre brut. — Le tartre brut est une couche saline qui cristallise sur le fond et contre les parois des vases vinaires au cours des fermentations lentes et pendant la maturation du vin, c'est-à-dire pendant qu'augmente sa richesse alcoolique.

La quantité de tartre qui se dépose annuellement dans un foudre varie de 0^{kg},200 à 0^{kg},300 par hectolitre de vin.

Autrefois, on laissait accumuler dans les tonneaux et pendant plusieurs années le tartre qui formait ainsi un enduit atteignant des épaisseurs de 0^{m},03 ou 0^{m},04. Mais, avec la vulgarisation des nouveaux procédés de vinification qui prescrivent de nettoyer à fond chaque année tous les récipients vinaires pour empêcher la transmission de quelques ferments de maladie, la croûte de tartre est retirée chaque année et n'atteint guère que 3 à 5 millimètres d'épaisseur.

On détache le tartre des tonneaux au moyen de piquettes ou de racloirs en fer qui le réduisent en petites écailles que l'on fait sécher avant de les livrer au commerce.

Les tartres sont rouges ou blancs suivant la couleur du vin d'où ils proviennent. Ils contiennent principalement du bitartrate de potasse mélangé à une certaine proportion de tartrate de chaux et d'impuretés telles que matières colorantes insolubilisées du vin, lies, fragments de bois, silice, alumine, etc.

La grande richesse du tartre brut en bitartrate de potasse fait rechercher cette matière par les fabricants de crème de tartre, tandis que son prix élevé le fait écarter des fabricants d'acide tartrique.

Les tartres des vins plâtrés ont une proportion de tartrate de chaux supérieure au bitartrate.

Les tartres que l'on trouve en plus grande quantité dans les différents pays ont moyennement la composition suivante :

	Bitartrate de potassium.	Tartrate de calcium.
	—	—
Italie....................	70 à 80 0/0	10 à 15 0/0
France..................	65 à 75 0/0	3 à 6 0/0
Espagne.................	20 à 25 0/0	40 à 50 0/0

Cristaux bruts. — Ils sont de qualités différentes suivant leur provenance; leur couleur varie du marron au rouge clair. En France, les cristaux bruts sont préparés par de petits industriels qui les extraient des tartres et des lies par ébullition et cristallisation. C'est en somme la première phase de la fabrication de la crème de tartre. Ces cristaux titrent 90 0/0 environ de pureté en bitartrate de potasse.

En Italie, on rencontre abondamment deux sortes de cristaux : les cristaux de distillerie et les cristaux de Sant'Antimo.

Les cristaux de distillerie proviennent de la distillation des marcs comme nous l'avons décrite au chapitre II, paragraphe *a* (p. 11). Ils titrent de 85 à 90 0/0.

Les cristaux de Sant'Antimo sont préparés à Saint-Antimo, dans la province de Caserta, près de Naples. On fait bouillir les lies sèches et

moulues dans de petites chaudières de cuivre montées sur fourneaux en maçonnerie, et on laisse cristalliser dans la chaudière même. Le refroidissement se faisant très lentement, les impuretés ont le temps de se déposer avant qu'elles ne soient emprisonnées par la cristallisation, et le bitartrate se dépose contre les parois en gros cristaux titrant 90 et 93 0/0 de pureté.

Le prix élevé de ces divers cristaux ne permet pas de les employer dans la fabrication de l'acide tartrique. On s'en sert exclusivement dans la fabrication de la crème de tartre où ils sont raffinés soit directement soit en les mélangeant aux cristaux rouges de première cristallisation.

Limo des distilleries. — On ne rencontre guère ces matières en dehors de l'Italie. C'est le dépôt boueux que l'on obtient dans les distilleries de marc en même temps que les cristaux de bitartrate. On le retire du fond des cristallisoirs et aussi des citernes qui reçoivent le liquide rendu par l'expression du marc à sa sortie de l'alambic.

On met cette boue dans de petits sacs de toile qui sont ensuite placés dans la cage d'un pressoir. Après la séparation du liquide, la pâte qui contient encore 50 0/0 d'humidité est divisée en petits morceaux et mise à sécher dans une étuve ou sur la plate-forme des chaudières à vapeur.

Le produit sec a l'aspect de la lie sèche, mais sa coloration est plus brune. Sa teneur en bitartrate varie de 55 à 65 0/0. Il renferme aussi de 8 à 12 0/0 de tartrate de chaux.

Le limo est une matière qui convient parfaitement pour les raffineries de crème de tartre, mais il ne peut être employé seul à cause des matières terreuses fines et légères qu'il contient, lesquelles en restant en suspension dans le liquide des cuites souilleraient la cristallisation. On mélange toujours le limo avec une proportion convenable de tartres et de lies dont les matières insolubles, en précipitant, entraînent facilement ces impuretés en suspension.

Sablons. — Les sablons sont les résidus solides qui se déposent sur le fond des chaudrons de raffination de la crème de tartre. Après avoir lavé ces résidus le mieux possible pour en retirer le bitartrate, il reste un mélange de kaolin, de noir et d'autres impuretés contenant une quantité variable de tartrate de chaux insoluble qui ressemble à du sable fin, d'où la dénomination de *sablons*.

Les sablons sont vendus aux fabriques d'acide tartrique par les petites raffineries de crème de tartre. Cette matière sèche contient environ 8 à 10 0/0 de bitartrate et 60 0/0 de tartrate de chaux, soit 45 0/0 d'acide tartrique total

Tartrate de calcium — Le tartrate de calcium du commerce provient de la saturation des eaux-mères et des résidus des distilleries de marc ou de lies (chapitre II, p. 11) ou des petites raffineries de crème de tartre.

Ce produit n'est pas toujours préparé avec tous les soins désirables, et il arrive souvent que des lots importants ne trouvent pas d'acquéreur, parce que la marchandise a subi une fermentation plus ou moins avancée. On diminuera ces risques en faisant les saturations dans des milieux aussi limpides que possible, en arrêtant la saturation quand le liquide contient encore $\frac{1}{10}$ d'acidité, en lavant du mieux possible le tartrate, et surtout en le passant immédiatement dans un séchoir, de préférence en mouvement, où le tartrate se desséchera sous une faible épaisseur. Si ces précautions sont bien observées, on pourra ensacher et conserver le tartrate sans craindre son altération, pourvu que le local où il est entreposé soit bien sec et bien aéré.

Un tartrate contenant 50-55 0/0 d'acide tartrique trouve toujours un placement avantageux.

CHAPITRE IV

ANALYSE DES MATIÈRES TARTREUSES

Un grand nombre de méthodes ont été proposées pour l'analyse des matières tartreuses; nous n'indiquerons que celles généralement en usage dans les pays de production et qui servent de base pour les transactions commerciales.

Ces méthodes se divisent en deux catégories :

1° Celles pour la détermination du bitartrate de potassium seul ;

2° Celles pour la détermination de l'acide tartrique total sous quelque forme qu'il se trouve, et qu'on appelle communément *acidité totale.*

En appliquant ces deux méthodes à un même échantillon et en exprimant les deux résultats en tartrate de chaux, on obtiendra par différence la quantité de tartrate de chaux qui est mélangée au bitartrate.

Dosage du bitartrate de potassium. — *a) Procédé acidimétrique dit « à la burette ».* — On peut opérer avec des liqueurs titrées ou avec des liqueurs normales ; dans tous les cas, les résultats sont toujours majorés par la présence des acides étrangers qui sont saturés en même temps que l'acide tartrique et comptés comme tels. Cette majoration atteint moyennement 1 à 2° dans les tartres, 2 à 4 dans les limo et 4 à 6 dans les lies.

Le procédé à la burette a pour lui l'avantage de fournir immédiatement une indication approchée sur la valeur de la marchandise.

Titrage par liqueurs titrées. — On se sert d'une liqueur de soude caustique, réglée de façon que 10 centimètres cubes de liqueur saturent exactement 2 grammes de bitartrate de potasse chimiquement pur.

On opère sur 10 grammes de matière finement moulue que l'on met dans une capsule avec 150 à 200 centimètres cubes d'eau distillée. On fait bouillir et maintient l'ébullition pendant qu'on verse la liqueur de soude goutte à goutte jusqu'à neutralisation.

On se sert de la phénolphtaléine comme indicateur; mais, si la matière était trop colorée, ce qui gênerait pour saisir le point exact de la saturation, on se servirait du papier tournesol que l'on toucherait avec l'extrémité d'une baguette de verre trempée dans le liquide après chaque addition de soude.

Le nombre de centimètres cubes de liqueur employée multiplié par 2 donne le pourcentage de bitartrate contenu dans l'échantillon.

Pour doser le tartre ou les cristaux, on prend 5 grammes seulement de matière en poudre; dans ce cas, le nombre de centimètres cubes de liqueur employée indiquera directement le contenu en bitartrate.

La liqueur de soude, devant correspondre à $10^{cm3} = 2$ grammes de bitartrate pur ou $1^{cm3} = 0,2$, se préparera en considérant que 188 grammes de bitartrate de potasse $C^4H^5O^6K$ correspondent à 40 grammes de soude HONa; on devra donc avoir dans 1 centimètre cube de liqueur :

$$\frac{0,2 \times 40}{188} = 0^{g},04254,$$

et par litre :

$$1\,000 \times 0,04254 = 42^{g},54 \text{ de soude.}$$

Titrage par liqueurs normales. — Une liqueur normale de soude doit contenir exactement 40 grammes de soude par litre, et saturer 75 grammes d'acide tartrique pur ou 188 grammes de bitartrate de potasse.

Souvent une telle liqueur est jugée trop concentrée et on préfère préparer une liqueur au $\frac{1}{5}$ normale ou double décime que l'on obtient en ajoutant 400 centimètres cubes d'eau distillée à 100 centimètres cubes de liqueur normale.

L'essai se fait sur $1^{gr},88$ de matière finement moulue que l'on délaye dans 100 centimètres cubes d'eau distillée; on porte à l'ébullition et on titre. Le nombre de centimètres cubes de liqueur $\frac{1}{5}$ normale employée pour la neutralisation multiplié par 2 donne le pourcentage de bitartrate.

Procédé adopté par le Congrès international de Londres en 1909. — On emploie pour le titrage une liqueur $\frac{1}{4}$ normale de potasse.

$2^{g},35$ de matière en poudre sont introduits dans un matras de 500 centimètres cubes avec 400 centimètres cubes d'eau distillée, on chauffe et on maintient à l'ébullition pendant cinq minutes. On fait refroidir et on complète le volume à 500 centimètres cubes avec de l'eau distillée; on agite et on filtre sur un filtre sans plis.

On prélève 250 centimètres cubes du liquide filtré représentant $1^{gr},175$ de l'échantillon, on porte à l'ébullition dans une capsule en porcelaine et on titre au moyen de la solution $\frac{1}{4}$ normale de potasse. Le nombre de centimètres cubes multiplié par 4 donne le pourcentage de bitartrate.

La liqueur normale de potasse correspondant à 188 grammes de bitartrate par litre, celle au $\frac{1}{4}$ normale correspondra à 47 grammes, soit pour 1 centimètre cube $0^{gr},047$.

Supposons que nous ayons employé $7^{cm3},8$ de cette liqueur $\frac{1}{4}$ normale pour saturer les 250 centimètres cubes de liquide filtré, nous aurons donc saturé :

$$7,8 \times 0,047 = 0^{g},3666 \text{ de bitartrate.}$$

Ceci pour la moitié de la prise d'essai ou $\frac{2,35}{2} = 1,175$, et nous poserons :

$$1,175 : 0,3666,$$
$$100 : x = 31,2,$$

c'est-à-dire :

$$7^{cm3},8 \times 4 = 31,2.$$

b) Procédé de la cristallisation ou à la casserole. — Cette méthode consiste à faire dissoudre le bitartrate dans l'eau bouillante et à le laisser cristalliser ensuite en dehors des matières solides auxquelles il était mélangé. C'est en somme une répétition au laboratoire du travail en grand que fera l'industriel. Le poids des cristaux secs sert à fixer le pour 100 en bitartrate. Voici comment on opère :

Dans un récipient en cuivre à bec et de forme semi-sphérique, on fait bouillir un litre d'eau ordinaire. Aussitôt que l'ébullition commence, on y délaie 50 grammes de la matière à analyser préalablement moulue finement. On laisse bouillir huit minutes en agitant la masse avec une spatule en bois pour diviser la matière, puis on retire le récipient du feu; on laisse reposer une demi-minute et on décante sur une passoire à mailles très serrées, placée au-dessus d'une casserole en terre vernissée plate et munie d'un manche. On égoutte soigneusement tout le liquide, mais sans presser le résidu, et on abandonne ensuite au refroidissement pendant douze heures dans un appartement dont la température, peu variable, demeure voisine de 15°. Quand le bitartrate est cristallisé, on délaie les cristaux dans leur eau-mère avec les doigts écartés et on décante le liquide avec précaution, de façon à ne pas entraîner de cristaux.

Pour plus de sûreté, on fait cette décantation dans une autre casserole que l'on vide à nouveau, et les quelques cristaux qui ont pu être entraînés sont ainsi retrouvés. On rassemble les cristaux et on les lave avec environ 250/300 centimètres cubes d'eau froide employée en deux fois de façon à bien entraîner la lie. Celle-ci est légère et se sépare facilement des cristaux de bitartrate, qui sont beaucoup plus lourds. La casserole en terre est portée sur le récipient en cuivre qui sert alors de bain-marie jusqu'à dessiccation complète des cristaux. Ces cristaux sont finalement détachés et pesés exactement.

Si p est le poids de ces cristaux, on aura la richesse pour 100 en bitartrate en doublant ce poids et en ajoutant 10

$$\text{Richesse } 0/0 \text{ en bitartrate} = 2p + 10.$$

10 représente la correction due à la solubilité du bitartrate de potassium dans l'eau froide (5 grammes par litre à 15°).

Il faut donc que la température de l'appartement demeure voisine de 15° et que, d'autre part, les eaux de lavage et les eaux-mères représentent ensemble environ 1 litre.

Ce procédé est généralement une cause d'erreurs. Nous venons de signaler celles pouvant résulter de la différente solubilité du tartre lorsque la température s'écarte de 15°. Il est exposé à des pertes par le liquide qui mouille la lie restée sur la passoire et par la précipitation d'une portion de l'acide tartrique à l'état de tartrate de chaux, ce qui se produit avec certaines eaux calcaires. Il donne au contraire une majoration par le fait que les cristaux ne sont pas du bitartrate de potasse pur. Mais généralement ces erreurs positives et négatives se compensent suffisamment pour que le résultat soit assez voisin de la vérité, malgré ce moyen d'analyse bien primitif.

Le procédé à la casserole ne tient pas compte du tartrate de chaux qui abonde dans certains tartres bruts ou dans certaines lies. Toutefois une portion de ce sel insoluble se dissout dans le bitartrate de potasse et cristallise ensuite avec lui. La quantité ainsi entraînée est variable.

Il en résulte que ce procédé de dosage n'a pas grande valeur scientifique. Il est néanmoins employé à cause de sa simplicité par les acheteurs de première main et par les petits commerçants qui l'imposent au commerce par suite de leur ignorance des autres méthodes.

Il fournit des résultats d'autant plus précis que la matière est plus riche. Aussi est-il souvent employé en France même par le commerce de gros, pour l'achat des tartres bruts.

Mais on peut être certain que l'industriel qui achète des tartres au degré à la casserole se sert d'une autre méthode plus précise pour examiner l'échantillon avant de conclure un marché important, car avec ce procédé on est quelquefois loin de connaître la valeur réelle de la marchandise.

c) Procédé Klein. — Cette méthode (comme les deux suivantes de Techermacher et Actual test) est basée sur la dissolution dans l'eau bouillante du bitartrate de potasse que l'on sépare ainsi des matières solides auxquelles il était mélangé, et que l'on précipite ensuite au moyen d'un liquide dans lequel il est insoluble, pour finalement le doser par une liqueur alcalimétrique.

On verse 6 grammes de lie ou 3 grammes de tartre ou cristaux finement moulus dans une capsule de 250 centimètres cubes de capacité avec 150 centimètres cubes d'eau distillée, on chauffe jusqu'à ébullition, on laisse reposer un peu et on décante sur un filtre avec entonnoir Joulie en recevant le liquide filtré dans une capsule à évaporer. Quand la filtration est terminée, on verse avec une pipette de l'eau bouillante dans la capsule et sur le filtre pour laver les insolubles, et on continue ce lavage jusqu'à ce que le liquide filtré ne donne plus de réaction acide.

On réunit dans une capsule tarée tous les liquides et on évapore au bain-marie jusqu'à réduction à 40 grammes. On laisse refroidir, puis on ajoute 5 grammes de chlorure de potassium en agitant vivement pendant quinze minutes avec une baguette de verre, et on laisse reposer pendant la nuit. Le bitartrate étant peu soluble dans le chlorure de potassium se précipite. On met alors le contenu de la capsule sur un filtre sans plis et, lorsque les cristaux sont bien égouttés, on les lave sur le filtre même avec 15 centimètres cubes d'une solution froide de bitartrate de potasse mélangée à 10 0/0 de chlorure de potassium, que l'on fait tomber goutte à goutte. On laisse de nouveau bien égoutter, puis on remet filtre et précipité dans la capsule, on ajoute 100 centimètres cubes d'eau distillée, on chauffe et on titre avec la liqueur de soude comme dans l'essai à la burette en se servant de la phénolphtaléine comme indicateur. Si le liquide était trop coloré, on fixerait le titre à la touche avec le papier de tournesol.

En se servant d'une liqueur titrée de soude telle que $100^{cm^3} = 6$ grammes de bitartrate, le nombre de centimètres cubes employé indiquera le pour 100 de bitartrate contenu dans la lie. Dans le dosage du tartre ou des cristaux, en opérant sur un poids de matière moitié de celui de la lie on multipliera le nombre de centimètres cubes employé par 2, ce qui donnera le pour 100 en bitartrate.

Pour préparer la solution du bitartrate et chlorure de potassium, on introduit, dans un ballon jaugé de 250 centimètres cubes, environ 5 grammes de crème de tartre pure en poudre fine et 200 centimètres cubes d'eau distillée. On agite de temps en temps pendant quelques minutes, on met 25 grammes de chlorure de potassium, puis on remplit au trait de jauge avec de l'eau distillée. On laisse déposer pendant quelques heures en agitant fréquemment et on filtre.

On se sert de cette solution pour humecter le filtre, qui sert à séparer le bitartrate avant son dosage.

La méthode Klein donne toujours des résultats de 0,5 à 1 0/0 en moins. Cette différence provient d'une quantité correspondante de bitartrate emportée avec la lie et qu'on parvient difficilement à extraire malgré tous les lavages.

Cette différence peut même être plus grande avec des lies très gommeuses.

d) Procédé Techermacher. — On fait un dosage acidimétrique de la fonction acide libre dans le bitartrate de potassium. On opère sur 2 grammes de matière finement pulvérisée, on épuise à l'eau bouillante de manière à dissoudre toutes les parties solubles (faire six à sept épuisements successifs, avec, au total, 200 centimètres cubes environ de liquide). Au dernier épuisement, le liquide filtrant doit être neutre à la phtaléine.

Tout le liquide filtré, mis dans une capsule tarie, est évaporé au bain-marie jusqu'à réduction à 20 grammes. On laisse refroidir et on délaie ensuite ce résidu dans 200 centimètres cubes d'alcool à 95° en agitant fortement. Après douze heures de repos, on filtre sur filtre sec et on redissout la partie insoluble dans l'alcool et dans l'eau chaude. On dose volumétriquement à l'aide d'une liqueur sodique titrée. On fait la correction due à la solubilité du bitartrate dans l'alcool (environ 0,35 0/0 de bitartrate).

e) Actual test ou méthode américaine. — On verse dans un ballon jaugé de 1 litre un poids de 3g,75 d'échantillon de lie ou tartre finement moulu, on ajoute 750 centimètres cubes d'eau distillée et l'on porte à ébullition que l'on maintient pendant cinq minutes. On complète à 1 litre avec l'eau distillée et laisse refroidir. On filtre sur filtre sec et on prélève 500 centimètres cubes qui sont mis dans une capsule et évaporés à siccité complète.

Dans la capsule encore chaude on ajoute 5 centimètres cubes d'eau distillée dont on se sert pour mouiller la masse entière des cristaux en les écrasant avec une baguette de verre.

On laisse refroidir et on verse 100 centimètres cubes d'alcool à 95°; on mélange intimement avec agitateur et on laisse reposer une demi-heure. On décante alors l'alcool sur un filtre sec en conservant autant que possible le précipité dans la capsule. Quand l'alcool est entièrement passé, on crève le filtre et, avec de l'eau distillée bouillante, on entraîne dans la capsule les cristaux laissés sur le filtre. On lave les parois de la capsule avec 70 à 100 centimètres cubes d'eau, on ajoute le filtre et on titre

avec une liqueur 1/5 normale de soude et phénolphtaléine. On multiplie le nombre de centimètres cubes employé par 2, on ajoute 0,3 et on a ainsi le pourcentage du bitartrate de potasse contenu dans l'échantillon.

Le nombre 0,3 que l'on ajoute au résultat du dosage sert à compenser la proportion constante du bitartrate de potasse qui est resté dans l'alcool

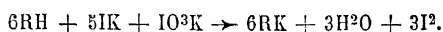
Ce procédé donne les résultats les plus exacts.

f) Méthode odométrique. — On peut doser le bitartrate par réduction d'un mélange iodate + iodure de potassium [1].

On applique la méthode de Sander, qui consiste à faire réagir un mélange d'iodate et d'iodure de potassium sur un corps à fonction acide; il y a formation d'acide iodique et d'acide iodhydrique qui réagissent pour donner de l'iode.

$$IO^3H + 5HI \rightarrow 3H^2O + 3I^2.$$

La réaction générale est donc la suivante :

$$6RH + 5IK + IO^3K \rightarrow 6RK + 3H^2O + 3I^2.$$

L'iode mis ainsi en liberté est dosé par l'hyposulfite de sodium.

Si l'on effectue directement le dosage de l'iode, les résultats ne concordent pas. Aussi est-il préférable de distiller l'iode mis en liberté et de l'absorber par une solution de 10 0/0 d'iodure de potassium. On peut aussi l'utiliser directement pour le dosage des tartres du commerce.

Détermination de l'acide tartrique total ou acidité totale. — *a) Procédé Goldenberg et Geromont.* — Cette méthode est basée sur la transformation de tous les tartrates en tartrate neutre de potasse d'abord, et ensuite en bitartrate de potasse que l'on dose au moyen d'une liqueur alcalimétrique.

C'est la méthode la plus exacte qui ait été proposée, et elle a été acceptée par tous les fabricants et les grands exportateurs. Elle a subi plusieurs modifications; nous donnons ci-dessous celle dite de 1898, telle qu'elle a été publiée par les auteurs.

MÉTHODE DE 1898. — *Lies.* — Six grammes de lie finement pulvérisée sont mis à digérer pendant deux heures au moins, à la température ambiante, avec 9 centimètres cubes d'acide chlorhydrique de densité égale à 1,10 (1 litre d'acide à 22° B. additionné de 800 centimètres cubes d'eau donne cet acide). On remue de temps en temps, puis, au bout

[1] *Moniteur Quesneville*, décembre 1915, p 273.

d'une heure, on ajoute un égal volume d'eau et on laisse digérer une heure encore, en agitant de temps à autre. Toute la masse est alors versée dans un ballon jaugé de 100 centimètres cubes et celui-ci rempli jusqu'au trait de jauge au moyen d'eau distillée. Après agitation énergique, on verse le tout sur un filtre plissé, sec, et le liquide filtré est reçu dans un verre également sec.

On mesure exactement 50 centimètres cubes de ce liquide qu'on verse dans un gobelet. Il est important de s'assurer que la mesure de 50 centimètres cubes représente exactement la moitié de celle de 100 centimètres cubes. Dans le gobelet, qu'on tient recouvert d'un verre de montre, on ajoute 18 centimètres cubes d'une solution de carbonate de potasse (10 centimètres cubes égalent 2 grammes de carbonate de potasse). On fait bouillir et on maintient en ébullition pendant dix minutes, jusqu'à ce que le carbonate de chaux se soit précipité sous forme cristalline.

A ce moment on verse sur un filtre à aspiration, on recueille dans une capsule de porcelaine et on lave à l'eau bouillante, jusqu'à neutralité parfaite, le verre de montre, le gobelet et le contenu du filtre. Le liquide recueilli doit être alcalin.

La capsule portée sur un bain-marie est chauffée jusqu'à ce que le volume du liquide se trouve réduit à environ 15 centimètres cubes. Dans le liquide chaud, on ajoute 3 centimètres cubes d'acide acétique glacial. Après avoir agité pendant cinq minutes, on peut continuer l'analyse ou l'arrêter même jusqu'au lendemain. Cependant, quand on a à analyser des lies impures qui laissent déposer des matières gommeuses extrêmement difficiles à débarrasser de l'acide acétique, même après un lavage très prolongé, il vaut mieux ne pas arrêter l'opération et pratiquer tout de suite les lavages à l'alcool.

On verse alors dans la capsule 100 centimètres cubes d'alcool à 94-96 0/0, et l'on remue de nouveau pendant cinq minutes pour rendre peu à peu le précipité granuleux et cristallin, de floconneux qu'il était d'abord. On laisse déposer ensuite ce précipité et l'on décante l'alcool surnageant dans un filtre conique à aspiration, puis on fait tomber le précipité lui-même.

On continue les lavages de la capsule et du précipité sur le filtre jusqu'à ce que 30 centimètres cubes du liquide alcoolique filtré additionné d'un peu de phénolphtaléine deviennent rouges par l'addition de 2 ou 3 gouttes de liqueur normale (N/5).

Cette quantité de liqueur alcaline correspond à la faible acidité de l'alcool employé.

Finalement le précipité est porté avec le filtre dans un gobelet; le bitrartrate resté dans la capsule est rincé avec de l'eau chaude, et cette eau est jointe au précipité de façon à obtenir 100 à 120 centimètres

cubes de liquide que l'on titre, à chaud, le plus souvent au moyen d'une liqueur alcaline décinormale. On peut également employer, pour le titrage, une solution normale si l'on fait usage d'une burette de 10 centimètres cubes de capacité, divisée en cinquièmes de centimètre cube, et permettant de lire exactement le dixième de centimètre cube.

On se sert comme indicateur du virage d'un papier de tournesol très sensible, de couleur rouge lilas.

Il est entendu que le titre de la liqueur alcaline doit être déterminé au moyen du bitartrate de potasse chimiquement pur et sec et que le papier de tournesol doit être de même nature pour tous les titrages.

Pour les lies, on applique la correction indiquée antérieurement ; soit, pour un rendement brut de 20 0/0, on déduit 0,7 ; pour un rendement de $20 + n$, on déduit $0,7 + (n \times 0,02)$.

Pour une lie donnant comme résultat 26 0/0 d'acide tartrique total, on déduira pour la correction $0,7 + (6 \times 0,02) = 0,82$, et le titre deviendra exactement $26 - 0,82 = 25,18$ 0/0.

Au cas où l'analyse devrait être interrompue, il serait préférable de l'arrêter après avoir mesuré les 50 centimètres cubes de solution chlorhydrique.

Avec les matières les plus pures et les plus faciles à laver, il ne faut jamais moins de dix lavages de 10 centimètres cubes d'alcool chacun pour entraîner tout l'acide acétique.

Tartre. — Pour l'analyse des tartres bruts ou des tartrates de chaux, on emploie 3 grammes de substance au lieu de 6, et on met à digérer avec 9 centimètres cubes d'acide chlorhydrique de D = 1,10. La masse est ensuite portée au volume de 100 centimètres cubes, et l'on opère exactement comme pour les lies. Au résultat trouvé on ne fait pas de correction.

Au Congrès de chimie de Londres en 1909, on a adopté définitivement la méthode suivante, qui diffère peu de celle de 1898.

Méthode de 1909. — Pour les matières riches : tartres et tartrates au-dessus de 45 0/0 d'acide tartrique total, on pèse une prise d'essai de 6 grammes ; pour les matières pauvres telles que les lies, on pèse 12 grammes ; pour les tartrates de chaux, on emploie 6 grammes, quel que soit le titre du produit.

On introduit cette pesée dans un gobelet de verre de 150 à 200 centimètres cubes de capacité avec 18 centimètres cubes d'acide chlorhydrique à 1,10 de densité. On mêle, on agite avec soin à la température ordinaire, de façon que chaque parcelle de matière soit atteinte ; on

malaxe avec une baguette de verre et enfin on projette le tout dans le fond à l'aide d'un jet de pissette.

Après dix à quinze minutes de macération, la masse est délayée à l'eau distillée et entraînée entièrement avec cette eau dans un matras jaugé de 200 centimètres cubes ; on ajoute de l'eau jusqu'au trait de jauge. On mélange intimement, après quoi on passe le tout sur un filtre plissé sec, en recevant le liquide filtré dans un flacon également sec. On mesure tout de suite 100 centimètres cubes du liquide écoulé avec une pipette ou un ballon, qui doivent correspondre exactement avec le ballon jaugé; on les verse dans un vase conique, on porte à l'ébullition et on fait lentement goutter 10 centimètres cubes d'une solution de carbonate de potasse de 1,49 de densité (66 grammes de carbonate dans 100 centimètres cubes de solution) dans la solution bouillante d'acide chlorhydrique. On agite un moment à la main, puis on échauffe progressivement et enfin on fait bouillir pendant vingt minutes jusqu'à cessation d'effervescence et jusqu'à ce que le carbonate de chaux devenu pulvérulent se soit déposé.

Le liquide avec le précipité sont alors versés dans un ballon de 200 centimètres cubes, refroidis à la température ambiante et portés à 200 centimètres cubes. Après agitation, on passe sur un filtre plissé sec, on prélève 100 centimètres cubes du liquide filtré que l'on verse dans une capsule de porcelaine et qu'on évapore jusqu'à 15 centimètres cubes. On se sert avantageusement pour cela de capsules où ce volume de 15 centimètres cubes est marqué dans le fond à l'aide d'un cercle bleu. Dans le liquide chaud on ajoute $3^{cm^3},5$ d'acide acétique glacial, en ayant soin de le faire goutter lentement sur les parois ; puis on agite avec une baguette de verre sans arrêt pendant cinq minutes.

On attend dix minutes et on ajoute 100 centimètres cubes d'alcool à 95° en agitant encore pendant cinq minutes. Enfin, après dix minutes, on verse sur un filtre à aspiration en cellulose. On lave trois à quatre fois par décantation avec un peu d'alcool neuf, puis on passe le reste du dépôt sur le filtre et on continue les lavages jusqu'à ce que l'alcool ne soit plus acide.

Le filtre avec le précipité sont remis dans la capsule avec 200 ou 300 centimètres cubes d'eau. On porte une minute à l'ébullition et on titre à chaud avec de la potasse $\frac{1}{4}$ ou $\frac{1}{5}$ normale, contrôlée au bitartrate chimiquement pur, en se servant comme indicateur du papier de tournesol neutre et sensible.

Comme, en complétant le volume du liquide jusqu'au trait de jauge, on n'a pas considéré le volume des matières insolubles, il est nécessaire de faire une correction.

Pour les tartres pauvres (prise d'essai 12 grammes), on déduit :

Titre 20 0/0	déduction.............	0,80
— 30	—	0,70
— 40	—	0,60

Pour les tartres riches (prise d'essai 6 grammes) :

Titre 50 0/0	déduction.............	0,25
— 60	—	0,15
— 70	—	0,10

b) Procédé Ordonneau à l'acétate de calcium. — Ce procédé, qui a été proposé par M. Ordonneau, consiste à attaquer la matière brute par l'acide chlorhydrique pour obtenir tout l'acide tartrique en solution. On sature ensuite par l'acétate de calcium et on obtient la totalité de l'acide à l'état de tartrate de chaux, que l'on sépare par filtration, que l'on sèche et que l'on pèse.

Voici comment on procède :

On prend 50 grammes de la matière à essayer très finement moulue, on les délaie dans 100 centimètres cubes d'eau (froide pour les lies et tiède pour les tartres) et on ajoute 100 centimètres cubes pour les tartres et 75 centimètres cubes pour les lies d'acide chlorhydrique à 1,10 de densité ou 13° B. préparé avec 1 litre d'acide à 22° et 800 centimètres cubes d'eau. On laisse macérer pendant une demi-heure en agitant de temps en temps et on ajoute de l'eau pour compléter le volume à 500 centimètres cubes. On mélange soigneusement et on filtre.

On prélève 100 centimètres cubes du liquide filtré (représentant 10 grammes de matière) que l'on verse dans un vase à précipité et on porte au bain-marie pour obtenir une très légère ébullition. Au moyen d'une solution saturée d'acétate de chaux, on précipite alors l'acide tartrique à l'état de tartrate de chaux.

Pour préparer cette solution, on met 900 centimètres cubes d'eau tiède dans une carafe jaugée de 1 litre, puis 250 grammes d'acétate de chaux sec. Après refroidissement, on complète le volume à 1 litre avec de l'eau et on filtre ; on ajoute 3 grammes de chloroforme pour sa conservation.

On emploie 80 centimètres cubes de cette solution pour la précipitation de l'acide des 100 centimètres cubes de liquide filtré. Cette quantité est introduite en quatre fois avec un intervalle de dix minutes chaque fois et sans agiter. Quand tout l'acétate est introduit, on éteint le feu et on laisse en repos pendant toute la nuit. (Pour des essais où l'on préfère la rapidité à une grande précision, ne laisser en repos que pendant une heure.) Après repos, on agite vivement la masse, on décante dans

une capsule de porcelaine pour pouvoir recueillir les cristaux qui pourraient être entraînés, et on jette sur un filtre sans plis la masse de cristaux, que l'on lave ensuite à l'eau distillée pour enlever les sels de chaux retenus.

On porte le filtre à l'étuve et on sèche à température de 50° à 60° jusqu'à poids constant. On retire de l'étuve, on laisse exposé à l'air dix minutes et on pèse exactement.

Ce poids, multiplié par 5,769, donne le pourcentage tartrique contenu dans l'échantillon.

On fait la correction suivante pour compenser le volume occupé par les insolubles :

$$[100 - (N \times 1{,}454)] \times \left(0{,}7 \frac{N}{1\,000}\right).$$

TITRE TROUVÉ	CORRECTION A DÉDUIRE	TITRE TROUVÉ	CORRECTION A DÉDUIRE	TITRE TROUVÉ	CORRECTION A DÉDUIRE	TITRE TROUVÉ	CORRECTION A DÉDUIRE
5	0,32	22,5	1,06	40	1,17	57,5	0,66
7,5	0,46	25	1,11	42,5	1,13	60	0,52
10	0,59	27,5	1,15	45	1,08	62,5	0,40
12,5	0,71	30	1,18	47	1,03	65	0,25
15	0,82	32,5	1,19	50	0,95	67,5	0,09
17,5	0,92	35	1,20	52,5	0,84	68,76	0,00
20	0,99	37,5	1,18	55	0,77		

Cette méthode n'est guère employée que dans certaines contrées de l'Espagne, parce qu'elle est la plus rapide avec les lies gommeuses qui se rencontrent généralement dans ce pays.

Mais, quand on désire obtenir une exactitude acceptée par tout le commerce, on s'en tient au Goldenberg et Géromont.

c) Procédé Ordonneau au bimalate de calcium. — La méthode Goldenberg et Géromont a été reconnue comme la plus précise et comme celle donnant des résultats constants. C'est pourquoi on s'en sert exclusivement aujourd'hui pour les transactions commerciales.

Mais ce procédé, qui exige un matériel de laboratoire assez complet et un temps assez long, demande de plus de la part de l'opérateur une certaine habileté qu'on ne rencontre pas toujours chez les petits commerçants. Enfin tant le commerçant que l'industriel auraient parfois intérêt à faire une analyse rapide en se contentant momentanément d'une approximation suffisante, quitte à la reprendre ensuite d'une autre manière plus précise.

Pour ces raisons, nous croyons utile de décrire la méthode suivante

proposée par M. Ordonneau, qui pourra rendre des services dans maintes circonstances.

On prépare une solution chlorhydrique de la matière à $\frac{1}{10}$ en poids. Pour cela on met macérer 10 grammes de matière moulue que l'on met dans une capsule avec 10 centimètres cubes d'acide chlorhydrique pur à 20° B. (densité 1,16), dans le cas d'un tartrate de chaux, ou d'un tartre au-dessus de 40° d'acide total, et 5 centimètres cubes seulement d'acide pour une matière pauvre ou les lies. On ajoute la même quantité d'eau en agitant de temps en temps. On ajoute ensuite 30 à 40 centimètres cubes d'eau et on chauffe légèrement pour favoriser la dissolution. (Avec un tartrate on peut chauffer jusqu'à ébullition, mais en s'arrêtant dès qu'elle commence.) On ajoute un peu d'eau et, sans qu'il soit nécessaire d'attendre le refroidissement, on vide le tout dans une fiole *tarée*. Puis avec le lavage de la capsule d'abord et de l'eau distillée ensuite, on complète le poids de 100 grammes exactement et on filtre.

On prélève 50 grammes de la solution filtrée que l'on porte à l'ébullition dans une capsule de nickel ronde, à manche et à bec de $0^{m},10$ de diamètre ; on y ajoute 2 grammes de bimalate de chaux pur, puis peu à peu et sans agiter 25 centimètres cubes d'une solution saturée d'acétate de chaux. On retire du feu et on laisse refroidir jusqu'à 50° environ, en agitant de temps à autre. On laisse déposer, puis on décante la liqueur avec précaution jusqu'aux cristaux de tartrate de chaux ; on lave ces cristaux à trois reprises différentes avec 15 centimètres cubes environ d'eau froide en décantant chaque fois avec précaution et on porte la capsule sur un bain-marie jusqu'à dessiccation du tartrate.

Pendant le séchage, on remue fréquemment la matière au moyen d'une spatule très pliante, en s'arrêtant lorsque le tartre, que l'humidité maintenait en grumeaux, devient coulant comme du sable sec, ce qui arrive d'ailleurs presque subitement.

On retire aussitôt la capsule, on laisse refroidir et on pèse le tartrate obtenu. Le poids multiplié par 20 donne le titre en tartrate de chaux.

Cette analyse demande environ une demi-heure et donne des résultats qui se rapprochent suffisamment de ceux de Goldenberg.

On est souvent obligé dans les analyses d'exprimer les résultats en acide tartrique ou en tartrate de chaux ou même en bitartrate de potasse. Le tableau suivant permettra de trouver immédiatement les poids équivalents de ces trois corps.

POIDS ÉQUIVALENTS DE L'ACIDE TARTRIQUE, TARTRATE DE CHAUX ET BITARTRATE DE POTASSE

BITARTR. DE POTASSIUM éq. ch. 188	TARTRATE DE CALCIUM éq. ch. 260	ACIDE TARTRIQUE éq. ch. 150	BITARTR. DE POTASSIUM éq. ch. 188	TARTRATE DE CALCIUM éq. ch. 260	ACIDE TARTRIQUE éq. ch. 150	BITARTR. DE POTASSIUM éq. ch. 188	TARTRATE DE CALCIUM éq. ch. 260	ACIDE TARTRIQUE éq. ch. 150	BITARTR. DE POTASSIUM éq. ch. 188	TARTRATE DE CALCIUM éq. ch. 260	ACIDE TARTRIQUE éq. ch. 150	BITARTR. DE POTASSIUM éq. ch. 188	TARTRATE DE CALCIUM éq. ch. 260	ACIDE TARTRIQUE éq. ch. 150
1	1,382	0,797	21	29,040	16,753	41	56,698	32,709	61	84,356	48,665	81	112,014	64,621
1,5	2,075	1,196	21,5	29,731	17,152	41,5	57,389	33,108	61,5	85,047	49,064	81,5	112,705	65,020
2	2,765	1,595	22	30,423	17,551	42	58,081	33,507	62	85,739	49,463	82	113,397	65,419
2,5	3,457	1,994	22,5	31,114	17,950	42,5	58,773	33,906	62,5	86,430	49,862	82,5	114,088	65,818
3	4,148	2,393	23	31,806	18,349	43	59,464	34,305	63	87,120	50,261	83	114,780	66,217
3,5	4,840	2,792	23,5	32,497	18,748	43,5	60,155	34,704	63,5	87,813	50,660	83,5	115,471	66,616
4	5,531	3,191	24	33,189	19,147	44	60,847	35,103	64	88,505	51,059	84	116,163	67,015
4,5	6,223	3,590	24,5	33,880	19,546	44,5	61,538	35,502	64,5	89,196	51,458	84,5	116,854	67,414
5	6,914	3,989	25	34,572	19,945	45	62,230	35,901	65	89,888	51,857	85	117,546	67,813
5,5	7,605	4,388	25,5	35,263	20,344	45,5	62,920	36,300	65,5	90,579	52,256	85,5	118,237	68,212
6	8,297	4,786	26	35,955	20,742	46	63,613	36,698	66	91,270	52,654	86	118,929	68,610
6,5	8,988	5,185	26,5	36,646	21,141	46,5	64,304	37,097	66,5	91,962	53,053	86,5	119,620	69,008
7	9,680	5,584	27	37,338	21,540	47	64,995	37,496	67	92,654	53,452	87	120,312	69,408
7,5	10,371	5,983	27,5	38,029	21,939	47,5	65,687	37,895	67,5	93,345	53,851	87,5	121,003	69,807
8	11,063	6,382	28	38,721	22,338	48	66,379	38,294	68	94,037	54,250	88	121,695	70,206
8,5	11,755	6,781	28,5	39,412	22,737	48,5	67,070	38,693	68,5	94,728	54,649	88,5	122,386	70,605
9	12,446	7,180	29	40,104	23,136	49	67,760	39,092	69	95,420	55,048	89	123,078	71,004
9,5	13,137	7,579	29,5	40,795	23,535	49,5	68,454	39,491	69,5	96,111	55,447	89,5	123,769	71,403
10	13,829	7,978	30	41,487	23,934	50	69,145	39,890	70	96,803	55,846	90	124,461	71,802
10,5	14,520	8,377	30,5	42,178	24,333	50,5	69,836	40,289	70,5	97,494	56,245	90,5	125,152	72,201
11	15,211	8,775	31	42,869	24,731	51	70,527	40,687	71	98,185	56,643	91	125,843	72,599
11,5	15,902	9,174	31,5	43,560	25,130	51,5	71,218	41,086	71,5	98,876	57,042	91,5	126,534	72,998
12	16,594	9,573	32	44,252	25,529	52	71,910	41,485	72	99,568	57,441	92	127,226	73,397
12,5	17,285	9,972	32,5	44,943	25,928	52,5	72,601	41,884	72,5	100,259	57,840	92,5	127,917	73,796
13	17,977	10,371	33	45,635	26,327	53	73,293	42,283	73	100,951	58,239	93	128,609	74,195
13,5	18,668	10,770	33,5	46,326	26,726	53,5	73,984	42,682	73,5	101,642	58,638	93,5	129,300	74,594
14	19,360	11,169	34	47,018	27,125	54	74,676	43,081	74	102,334	59,037	94	129,992	74,993
14,5	20,051	11,568	34,5	47,709	27,524	54,5	75,368	43,480	74,5	103,025	59,436	94,5	130,683	75,392
15	20,743	11,967	35	48,401	27,923	55	76,059	43,879	75	103,717	59,835	95	131,375	75,791
15,5	21,434	12,366	35,5	49,092	28,322	55,5	76,750	44,278	75,5	104,408	60,234	95,5	132,066	76,190
16	22,126	12,764	36	49,784	28,720	56	77,442	44,676	76	105,100	60,632	96	132,758	76,588
16,5	22,817	13,163	36,5	50,475	29,119	56,5	78,133	45,075	76,5	105,791	61,031	96,5	133,449	76,987
17	23,509	13,562	37	51,167	29,518	57	78,825	45,474	77	106,483	61,430	97	134,141	77,386
17,5	24,200	13,961	37,5	51,858	29,917	57,5	79,516	45,873	77,5	107,184	61,829	97,5	134,832	77,785
18	24,892	14,360	38	52,550	30,316	58	80,208	46,272	78	107,866	62,228	98	135,524	78,184
18,5	25,583	14,759	38,5	53,241	30,715	58,5	80,899	46,671	78,5	108,557	62,627	98,5	136,215	78,583
19	26,275	15,158	39	53,933	31,114	59	81,591	47,070	79	109,249	63,026	99	136,907	78,982
19,5	26,966	15,557	39,5	54,624	31,513	59,5	82,282	47,469	79,5	109,940	63,425	99,5	137,598	79,381
20	27,658	15,956	40	55,316	31,912	60	82,974	47,868	80	110,632	63,824	100	138,290	79,780
20,5	28,349	16,355	40,5	56,007	32,311	60,5	83,665	48,267	80,5	111,323	64,223			

Recherche du bisulfate dans les lies et tartres. — L'introduction de bisulfate dans les lies et tartres augmente le rendement en bitartrate de potassium, en faisant disparaître le tartrate de calcium (1).

Certains tartriers calculent la quantité de bisulfate à ajouter pour transformer tout le tartrate de calcium existant dans la matière tartreuse naturelle et vendent un mélange moulu tout préparé sans faire connaître l'addition de bisulfate (2).

Cette addition, lorsqu'elle est ignorée, peut porter préjudice, surtout dans la préparation des Backing.

D'après le Dr P. Carles (2), voici comment on peut reconnaître ces fraudes :

« S'il s'agit de matières brutes simplement moulues, on les tamise et on traite séparément la poudre et les grumeaux.

Dix grammes environ de poudre sont agités à froid pendant dix minutes avec de l'alcool à 50°. S'il y a du bisulfate, le filtrat aura une acidité exagérée et précipitera le chlorure de baryum.

Pour les grumeaux, on les fait tomber sur une feuille de papier de tournesol bleu, mouillée et étendue sur une assiette. Au bout de quelques minutes, le bisulfate formera des taches rouges pelure d'oignon. On peut enlever ces grumeaux particuliers avec une pince et les caractériser individuellement.

Pour la poudre impalpable de raffiné, la fraude est plus délicate à constater, et cependant sa répression est plus importante parce que ce n'est guère que dans les pays de consommation qu'on la mélange au bicarbonate de sodium pour la vente prochaine et qu'on le fait sans contrôle. »

(1) CARLES, *Dérivés tartriques du vin*, p. 19.
(2) CARLES, *Revue des Produits chimiques*, n° 14, p. 217 ; 1915.

TROISIÈME PARTIE

FABRICATION PAR LE PROCÉDÉ DE SAINT-THIBÉRY

CHAPITRE PREMIER

DESCRIPTION DU PROCÉDÉ

Ce procédé est le premier qui a été employé pour la fabrication de la crème de tartre ; il a pris naissance à Saint-Thibéry, d'où son nom originaire. C'est celui que l'on emploie le plus souvent encore aujourd'hui, principalement en France et en Italie.

En réalité, la fabrication de la crème de tartre n'est qu'un simple raffinage du bitartrate de potasse qui se trouve tout formé dans les tartres et les lies. Ce bitartrate est dissous à l'ébullition pour le séparer des impuretés au moyen d'une première cristallisation qui donne des cristaux colorés et impurs que l'on appelle *cristaux rouges*. Ces cristaux sont ensuite décolorés et raffinés par une deuxième dissolution suivie d'une nouvelle cristallisation. On obtient ainsi la crème de tartre.

Avec ce procédé, on emploie comme matières premières les cristaux, les tartres et les lies riches en bitartrate. On réserve les matières qui contiennent du tartrate de chaux pour la fabrication de l'acide tartrique.

On remplit d'eau ou d'eau-mère d'une précédente opération une chaudière tronconique en cuivre, chauffée à feu nu, et l'on porte à l'ébullition. Puis on introduit par petites portions la matière brute, préalablement moulue, en quantité calculée pour que la dissolution totale du bitartarte soit de 40 à 42 grammes par litre.

On brasse constamment au moyen de ringards en bois pour faciliter la dissolution, et, quand celle-ci est terminée, on coule la liqueur trouble dans des cristallisoirs de bois ou de cuivre de mêmes forme et capacité que la chaudière, et on laisse refroidir. Les impuretés qui ont été entraînées se séparent et se déposent, et il se forme

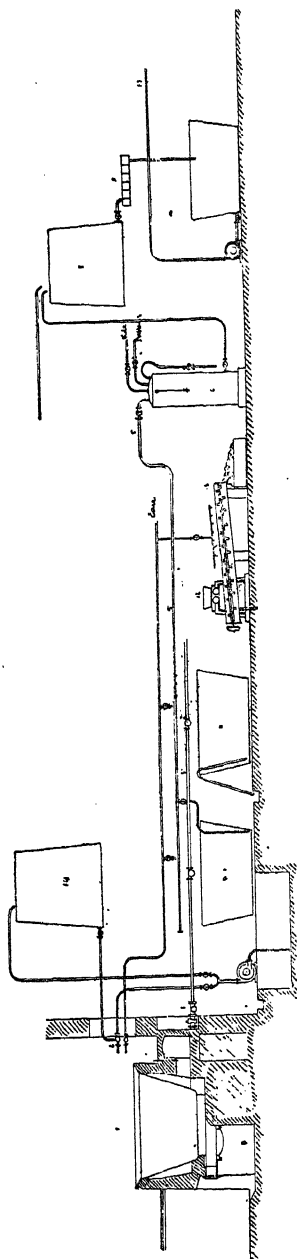



Fig. 10. — Traitement des lies et tartres.

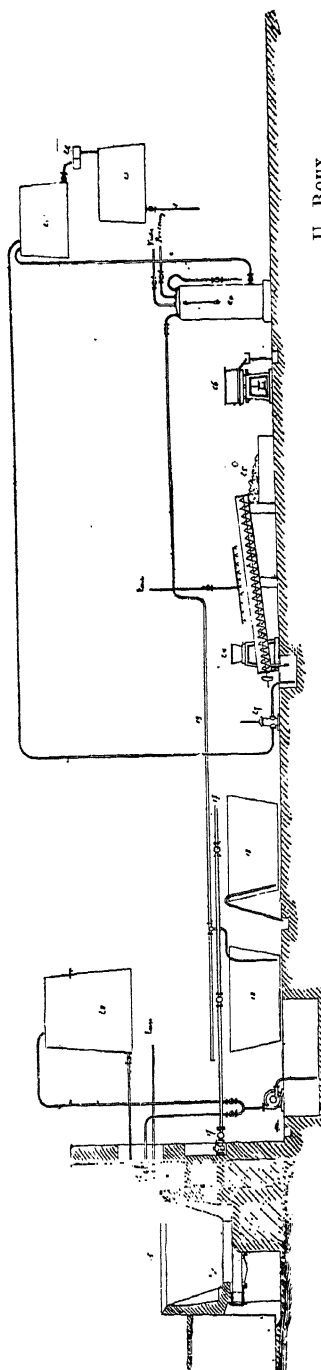



Fig. 11. — Raffinage des cristaux rouges.

contre la paroi du cristallisoir une croûte de bitartrate de 5 à 6 millimètres d'épaisseur. Après quatre à cinq jours de refroidissement, on siphonne la partie claire de l'eau-mère qui sert pour une nouvelle opération; on enlève au moyen d'un monte-jus la partie boueuse du fond qui est envoyée dans des dalles de décantation pour en séparer le bitar-

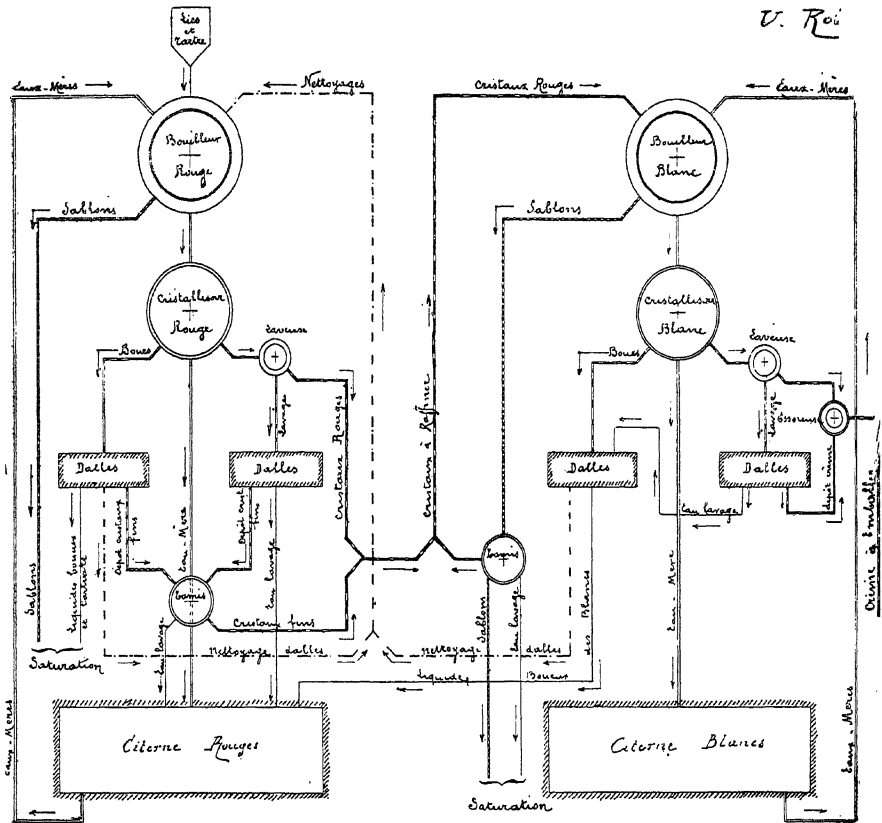



Fig. 12. — Schéma de la fabrication de la crème de tartre.

trate fin qu'elle avait entraîné, et, au moyen d'un marteau et d'une raclette, on détache et on retire les cristaux qui sont ensuite lavés et qui constituent *les cristaux rouges*. Ce produit est fortement coloré et titre environ 90 0/0 de pureté.

Il reste au fond de la chaudière à dissolution, après sa décharge, une masse de produits insolubles constituée par la partie ligneuse de la matière brute, sable, tartrate de chaux et impuretés diverses, le tout mélangé de bitartrate. C'est ce qu'on appelle *les sablons rouges*. Ce

résidu est traité par un acide minéral, puis filtré, et, de la liqueur saturée, on retire une certaine quantité de tartrate de chaux.

Pour raffiner les cristaux rouges, c'est-à-dire les transformer en cristaux blancs ou crème de tartre, on les redissout dans des chaudières exactement semblables à celles employées pour la dissolution des matières brutes. On prend pour une opération un poids de cristaux rouges calculé pour obtenir une dissolution de 62 à 65 grammes de bitartrate par litre. Lorsque tout le bitartrate est dissous, on maintient l'ébullition dans la chaudière et on ajoute les agents de décoloration (noir animal et kaolin ou terre de pipe); on mélange bien le tout et on coule la charge entière dans des cristallisoirs où, comme pour les rouges, on laisse refroidir quatre à cinq jours. Le kaolin se sépare lentement en entraînant toutes les matières en suspension, et le bitartrate cristallise en beaux cristaux blancs qui peuvent atteindre 98 0/0 de pureté. L'eau-mère est siphonnée et ressert pour les opérations suivantes. Le dépôt qui se trouve sur le fond du cristallisoir est appelé *boue blanche*. C'est un mélange de noir, kaolin et impuretés diverses que l'on envoie au moyen d'un monte-jus dans des dalles de décantation pour en séparer le bitartrate entraîné.

Les cristaux blancs que l'on retire du cristallisoir sont concassés et lavés à l'eau froide dans une vis lavante. Ils sont ensuite essorés, séchés, réduits en poudre impalpable et enfin emballés.

Le dépôt solide des dalles est réuni à l'insoluble qui est resté au fond de la chaudière de dissolution; c'est ce qu'on appelle les *sablons blancs*. Ils contiennent surtout du tartrate de chaux mélangé à du bitartrate. On lave ces sablons sur un tamis qui retient les cristaux de bitartrate, et le résidu contenant surtout du tartrate de chaux est employé pour la fabrication de l'acide tartrique.

CHAPITRE II

PRATIQUE DES OPÉRATIONS ET RENDEMENT DES APPAREILS

CRISTAUX ROUGES

Mise en fabrication. — Au point de vue de la facilité du traitement, la matière brute la plus riche en bitartrate est celle qui convient le mieux pour la fabrication de la crème par le procédé de Saint-Thibéry.

Puisque la quantité de bitartrate introduite dans une opération correspond et doit correspondre effectivement à une dissolution de 40 à 42 grammes par litre de liqueur, il est évident que plus la matière brute serait riche, moins il faudrait en employer pour une opération, ce qui faciliterait beaucoup la dissolution et donnerait une meilleure cristallisation.

Mais le prix unitaire du bitartrate croît avec l'augmentation de richesse de la matière, et il en résulte qu'au point de vue économique il est préférable de traiter des matières pauvres.

Il convient donc de se tenir dans une juste limite, qui permette de concilier ces deux conditions opposées.

Le titre du mélange adopté généralement oscille entre 45 et 50 0/0 de bitartrate, et on compte $6^{kg},200$ de matière brute par hectolitre d'eau-mère employée pour la dissolution, ce qui donne des charges de 500 kilogrammes de matière brute pour chaque opération dans une chaudière de 80 hectolitres utiles.

On calculera les quantités de lies et de tartre à employer en appliquant la règle des mélanges. Soit à préparer avec du tartre à 70 0/0 et de la lie à 28 0/0 de bitartrate une charge de 500 kilogrammes de matière brute à 47 0/0 égale à :

$$500 \times 47 = 235 \text{ kilogrammes de bitartrate.}$$

Nous poserons :

Excès de la gradation du tartre.	70 — 47 = 23
Déficit — de la lie.	47 — 28 = 19
	42

Donc, pour 42 parties de mélange, nous aurons 19 de tartre et 23 de lie. Pour 500 kilogrammes nous aurons :

Tartre : $\frac{500}{42} \times 19 = 226$ kilogrammes à 70 0/0 = 158 de bitartrate

Lie : $\frac{500}{42} \times 23 = 274$ kilogrammes à 28 0/0 = 77 —

500 kilogrammes à 47 0/0 = 235 de bitartrate

Pour éviter les calculs répétés qui donnent souvent lieu à des erreurs, nous avons dressé le tableau suivant qui se rapporte à des charges totales de 500 kilogrammes à 47 0/0 pour des matières à mélanger comprises entre 20 et 90 0/0 de bitartrate.

Les nombres de ce tableau indiquent le poids du produit le plus pauvre que l'on doit employer dans 500 kilogrammes de mélange ; par différence on obtient le poids de la matière riche. Ainsi, dans l'exemple ci-dessus, avec une lie à 28 et du tartre à 70, nous trouvons que la rencontre de la colonne horizontale pour la lie 20 avec celle verticale du tartre à 70 correspond au nombre 275. Ce nombre indique le poids de la lie à 28 0/0, et 500 — 275 = 225 sera le poids du tartre à 70 0/0. Ces valeurs correspondent suffisamment à l'exemple ci-dessus de la règle des mélanges.

PROPORTIONS DES MÉLANGES DE MATIÈRES PREMIÈRES POUR UNE CHARGE TOTALE DE 500 KILOGRAMMES A UNE MOYENNE DE 47 0/0 DE BITARTRATE DE POTASSIUM

TENEUR EN BITARTRATE DE POTASSE DES LIES OU DES TARTRES PAUVRES	TENEUR EN BITARTRATE DE POTASSIUM DES TARTRES RICHES OU DES CRISTAUX														
	48	49	50	51	52	53	54	55	56	57	58	59	60	61	62
20	17	33	50	64	78	90	100	110	120	130	140	150	160	170	175
21	18	34	52	66	80	95	105	115	125	135	145	155	165	175	180
22	19	36	54	68	82	95	110	120	130	140	150	160	170	180	185
23	20	38	56	70	85	100	115	125	135	145	155	165	175	185	190
24	21	40	58	73	88	105	120	130	140	150	160	170	180	190	195
25	22	42	60	76	92	110	125	135	145	155	165	175	185	195	200
26	23	44	62	80	96	112	130	140	150	160	170	180	190	200	205
27	24	46	65	84	100	115	135	145	155	165	175	185	195	205	210
28	25	48	68	88	105	120	140	150	160	170	180	190	200	210	215
29	26	50	72	92	110	125	145	155	165	175	185	195	205	215	220
30	28	53	76	96	115	130	150	160	170	180	190	200	210	220	230
31	30	55	80	100	120	135	155	165	180	190	200	210	220	230	240
32	32	58	84	105	125	140	160	170	185	200	210	220	230	240	250
33	34	62	88	110	130	150	165	180	195	210	220	230	240	250	260
34	36	66	93	118	140	160	170	190	210	220	230	240	250	260	270
35	38	70	100	125	150	170	180	200	220	230	240	250	260	270	280
36	41	75	108	135	160	180	190	210	230	240	250	260	270	280	290
37	46	82	115	145	170	190	200	220	240	250	260	270	280	290	300
38	50	90	125	155	180	200	215	230	250	260	270	280	290	300	310
39	55	100	140	170	190	210	230	250	260	270	280	290	300	310	320
40	60	110	150	185	210	230	250	265	280	290	300	310	320	330	335
41	70	120	165	200	230	250	270	280	300	310	320	330	340	345	350
42	85	140	190	220	250	2 0	290	300	320	330	340	350	360	365	370
43	100	170	210	250	280	300	320	330	340	350	360	370	380	385	390
44	120	200	250	280	310	330	350	360	370	380	390	395	400	405	410
45	170	250	300	330	350	370	390	400	410	415	420	425	430	430	435
46	250	330	370	400	420	430	440	450	450	450	450	450	460	460	460

Les nombres ci-dessus indiquent les poids P des lies ou des tartres pauvres à introduire dans la charge de 500 kilogrammes de matières brutes pour une cuite aux rouges. Les poids P′ des tartres riches ou cristaux à mélanger s'obtiendront par différence :

$$P' = 500 - P.$$

SUITE DU TABLEAU DES PROPORTIONS DES MÉLANGES DE MATIÈRES PREMIÈRES

TENEUR EN BITARTRATE DE POTASSE DES LIES OU DES TARTRES PAUVRES	TENEUR EN BITARTRATE DE POTASSIUM DES TARTRES RICHES OU DES CRISTAUX														
	63	**64**	**65**	**66**	**67**	**68**	**69**	**70**	**71**	**72**	**73**	**74**	**75**	**76**	**77**
20	185	195	200	205	210	215	220	225	230	235	240	245	250	255	260
21	190	200	200	210	215	220	225	230	235	240	245	250	255	260	265
22	195	205	210	215	220	225	230	235	240	245	250	255	260	265	270
23	200	210	215	220	225	230	235	240	245	250	255	260	265	270	275
24	205	215	220	225	230	235	240	245	250	255	260	265	270	275	280
25	210	220	225	230	235	240	245	250	255	260	270	270	275	285	285
26	215	225	230	235	240	250	250	255	260	265	275	280	280	290	290
27	220	230	235	240	245	255	260	265	265	270	280	285	285	295	295
28	225	235	240	245	250	260	265	270	275	280	285	290	295	300	300
29	230	240	250	255	260	265	270	280	285	290	295	300	305	310	310
30	240	250	260	265	270	275	280	290	295	300	300	305	310	**315**	315
31	250	255	260	270	275	280	290	300	300	305	310	315	315	320	325
32	260	265	270	280	285	290	300	310	310	310	315	320	325	330	330
33	270	275	280	285	290	300	310	315	315	320	325	330	335	340	340
34	280	285	290	295	300	310	315	325	325	330	335	340	340	345	350
35	290	290	300	305	310	320	325	330	335	340	345	350	350	355	355
36	300	300	310	315	320	330	330	340	340	350	350	355	355	360	365
37	310	310	320	325	330	340	340	345	350	355	360	365	365	370	375
38	320	325	330	340	345	350	350	355	360	365	370	375	375	380	380
39	330	340	345	350	355	360	365	370	370	375	375	380	380	390	395
40	340	350	355	360	365	370	380	380	380	380	385	395	395	400	405
41	360	365	370	375	380	380	390	395	395	400	400	405	405	410	415
42	380	385	390	395	400	400	410	410	410	415	415	420	420	425	430
43	395	400	405	410	415	420	425	420	420	425	425	430	430	435	440
44	415	420	425	430	435	440	440	448	440	445	445	450	450	450	452
45	440	440	450	450	460	460	460	460	460	460	460	465	465	465	465
46	470	470	470	470	480	480	480	480	480	480	480	480	480	480	480

Les nombres ci-dessus indiquent les poids P des lies ou des tartres pauvres à introduire dans la charge de 500 kilogrammes de matières brutes pour une cuite aux rouges. Les poids P′ des tartres riches ou cristaux à mélanger s'obtiendront par différence :

$$P' = 500 - P.$$

SUITE DU TABLEAU DES PROPORTIONS DES MÉLANGES DE MATIÈRES PREMIÈRES

TENEUR EN BITARTRATE DE POTASSE DES LIES OU DES TARTRES PAUVRES	TENEUR EN BITARTRATE DE POTASSIUM DES TARTRES RICHES OU DES CRISTAUX												
	78	79	80	81	82	83	84	85	86	87	88	89	90
20	265	270	275	275	280	280	285	290	290	295	295	300	300
21	270	275	280	280	285	285	290	295	295	300	300	305	305
22	275	280	285	285	290	295	300	300	300	305	305	310	310
23	280	285	290	290	295	300	300	305	305	310	310	315	315
24	285	290	295	295	300	305	305	310	310	315	315	320	320
25	290	295	300	300	305	310	310	315	315	320	320	325	325
26	295	300	305	310	310	315	315	320	320	325	325	330	330
27	300	305	310	315	315	320	320	325	325	330	330	335	335
28	305	310	315	320	320	325	325	330	330	335	335	340	340
29	315	320	320	325	325	330	330	335	335	340	340	345	345
30	320	325	330	330	330	335	335	345	345	350	350	350	355
31	330	330	335	340	340	345	345	350	350	350	355	360	360
32	335	340	340	345	345	350	350	355	355	360	360	365	365
33	345	350	350	350	350	355	355	365	365	370	370	375	375
34	350	355	355	355	355	365	365	370	370	375	375	380	380
35	355	360	360	365	365	375	375	380	380	380	380	385	385
36	365	370	370	375	375	380	380	385	385	390	390	395	395
37	375	380	380	380	380	390	390	395	395	400	400	400	400
38	380	385	385	390	390	400	400	400	400	405	405	410	410
39	395	400	400	400	400	405	405	410	410	415	415	420	420
40	405	410	410	410	410	415	415	420	420	420	425	430	430
41	415	420	420	425	425	430	430	430	430	430	430	435	435
42	430	430	430	435	435	435	435	440	440	440	440	445	445
43	440	445	445	450	450	450	450	450	450	450	450	455	455
44	452	455	455	455	455	455	455	460	460	460	460	465	465
45	465	470	470	470	470	470	470	475	475	475	475	475	475
46	480	480	480	480	480	485	485	485	485	485	485	485	485

Les nombres ci-dessus indiquent les poids P des lies ou des tartres pauvres à introduire dans la charge de 500 kilogrammes de matières brutes pour une cuite aux rouges. Les poids P′ des tartres riches ou cristaux à mélanger s'obtiendront par différence :

$$P' = 500 - P.$$

Moûture des matières premières. — *a*) *Meules.* — On emploie des moulins à meules semblables à ceux employés dans les minoteries (*fig.* 13 à 14).

Le broyage est effectué par deux meules horizontales en silex ou pierre meulière de la Ferté-sous-Jouarre, montées sur un bâti ou beffroi en fonte, d'une seule pièce. La meule inférieure repose sur l'entablement du bâti ; elle est fixe, et on l'appelle *meule dormante* ou gisante. Celle supérieure repose en équilibre sur le pointal d'un arbre vertical

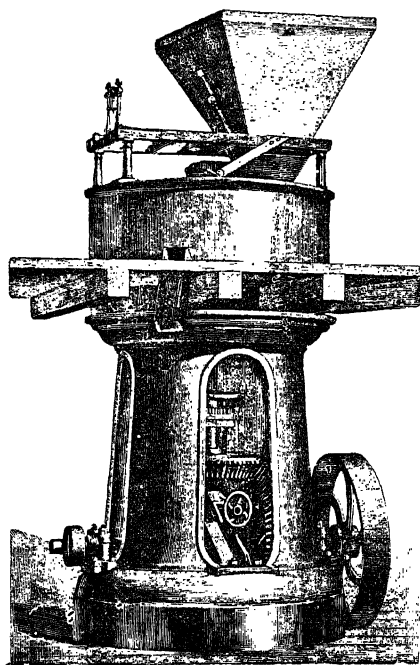



Fig. 13. — Moulin à lies et tartres.

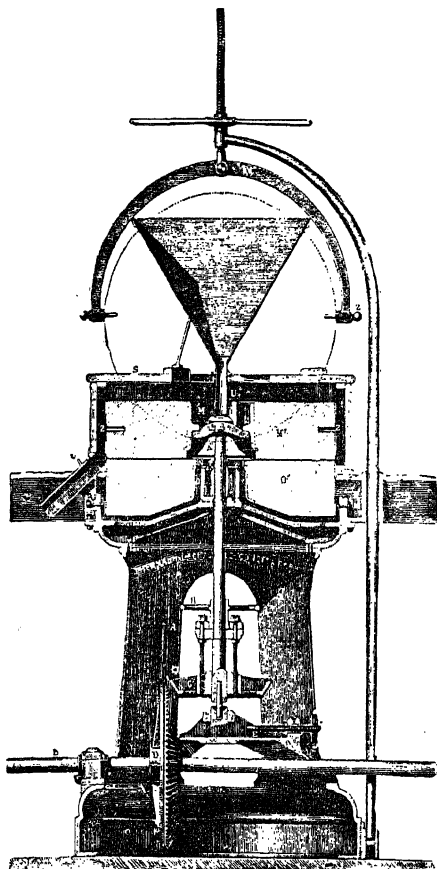



Fig. 14. — Section du moulin à lies et tartres.

qui l'entraîne dans son mouvement giratoire ; on l'appelle *meule courante*.

La meule courante est percée à son centre d'un œillard de 0^m,30 à 0^m,40 de diamètre par lequel pénètre la matière venant d'un alimentateur à secousses. Cette matière est entraînée par la meule courante qui la triture et la rejette par sa circonférence. Le degré de finesse du produit est réglé par l'écartement des meules, que l'on fait varier à volonté par la simple manœuvre d'une vis à volant.

La vitesse des meules à la circonférence ne doit pas dépasser 9^{m},50 ni descendre au-dessous de 8^{m},50 par seconde.

Le degré de finesse des lies et tartres ne doit pas être exagéré : on doit chercher à obtenir une poudre granuleuse et non impalpable. On compte sur un poids de mouture de 2.500 kilogrammes par tonne de crème emballée.

Les surfaces des meules entre lesquelles est broyée la matière doivent être *rayonnées*, c'est-à-dire porter un grand nombre de sillons inclinés transversalement qui forment autant de lignes à arête vive qui mordent plus fortement la matière. On doit raviver ces arêtes de temps à autre.

Suivant l'importance de la production à fournir, on fixera le nombre et la dimension des moulins à l'aide du tableau suivant :

Diamètre des meules	0^{m},90	1^{m},00	1^{m},10	1^{m},20	1^{m},30	1^{m},40	1^{m},50
Mouture par heure...	230^{kg}	250^{kg}	280^{kg}	320^{kg}	370^{kg}	430^{kg}	500^{kg}
Tours par minute....	200^{t}	175^{t}	160^{t}	145^{t}	130^{t}	120^{t}	110^{t}
Force en chevaux ...	2^{ch}	2^{ch},5	3^{ch}	3^{ch},5	4^{ch}	5^{ch}	

b) Broyeurs à percussion. — Nous avons dans diverses installations substitué très avantageusement aux meules, pour la mouture des lies et des tartres, les broyeurs Loiseaux ou Carter et avons obtenu d'excellents résultats. Ces broyeurs sont d'une installation peu coûteuse et, à parité de travail, emploient un tiers en moins de force motrice que les meules.

Fig. 15. — Vue intérieure du broyeur Loiseaux.

Le broyeur Loiseaux (*fig.* 15 et 16) est basé sur le principe du cassage de la matière à la volée par des marteaux articulés en acier.

Il se compose d'une boîte de fonte en deux pièces dont la partie inférieure forme le bâti et la partie supérieure un chapeau demi-circulaire. A l'intérieur tourne avec une grande vitesse un arbre portant un moyeu sur lequel sont fixés un cer-

tain nombre de bras dont l'extrémité est terminée par des massettes ou marteaux d'acier. Les deux parois intérieures ainsi que le dessous du chapeau sont garnis de blindages dentelés en acier interchangeables. Le fond de la boîte porte une grille concentrique à l'arbre dont les barreaux d'acier indépendants peuvent être écartés ou rapprochés suivant le degré de finesse désiré.

Fig. 16. — Vue extérieure du broyeur Loiseaux.

La matière, versée dans la trémie placée sur le côté du broyeur, est poussée dans l'axe de l'appareil au moyen d'une hélice faisant fonction de briseur; arrivée sur le bord, cette matière est prise par les leviers, brisée par les marteaux, puis lancée sur les faces latérales où elle décrit

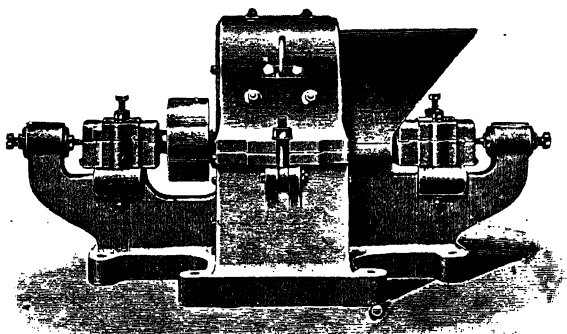
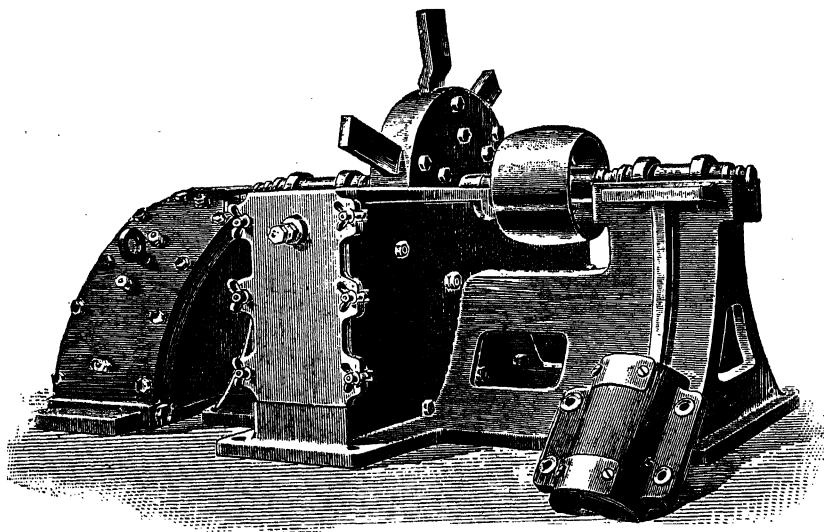



Fig. 17. — Vue du broyeur Carter avec le chapeau enlevé.

une série de spires jusqu'à ce qu'elle parvienne au fond du chapeau où elle se divise complètement et passe ensuite par la grille placée à la partie inférieure et sur le même rayon. L'articulation des marteaux, leur permet de se replier en marche si un corps étranger ou un excès de pro-

duit était introduit dans l'appareil, ce qui évite des ruptures possibles. Enfin le chapeau étant relié au bâti par une charnière, on peut facilement mettre l'intérieur à nu pour une visite ou une réparation.

Un broyeur Loiseaux n° 1 ayant un diamètre de grille de 0m,500 et tournant à 2.800 tours par minute produit 600 kilogrammes de lie moulue par heure avec une force motrice de 4 chevaux.

Le broyeur Carter (*fig.* 17 à 18) est, comme le Loiseaux, basé sur le principe du cassage à la volée.

Il se compose aussi d'une boîte en deux pièces formant bâti et chapeau et celui-ci est demi-circulaire. Les flancs sont garnis de plaques d'acier dentelées. A l'intérieur tourne à grande vitesse un disque en fonte calé sur

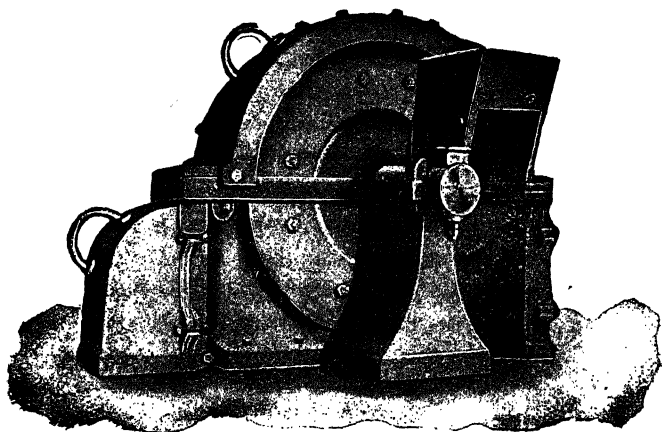



Fig. 18. — Vue extérieure du broyeur Carter.

l'arbre et muni de bras rigides en acier forgé. Les parois de l'enveloppe cylindrique sont garnies à l'intérieur de plaques cannelées formant surfaces triturantes et la partie inférieure porte une grille demi-cylindrique dont l'écartement des barreaux peut varier suivant le degré de finesse à obtenir.

La matière arrive directement de la trémie dans le centre du broyeur; elle est moulue par la percussion des bras et sort par la grille quand elle a atteint la finesse voulue.

Un moulin Carter n° 0 peut donner 300 kilogrammes de lie moulue par heure avec un travail de 2,5 chevaux.

Cuite des rouges. — Les chaudières de dissolution des matières brutes sont en cuivre, de forme tronconique, ayant une capacité totale d'environ 90 hectolitres, ce qui permet de faire des opérations de 80 hectolitres

sans risque de débordement du liquide. Elles ont pour dimensions :

Diamètre supérieur	3m,450
Diamètre inférieur	2m,000
Hauteur verticale	1m,700
Épaisseur de la paroi en cuivre	3mm.
Épaisseur du fond	4mm.

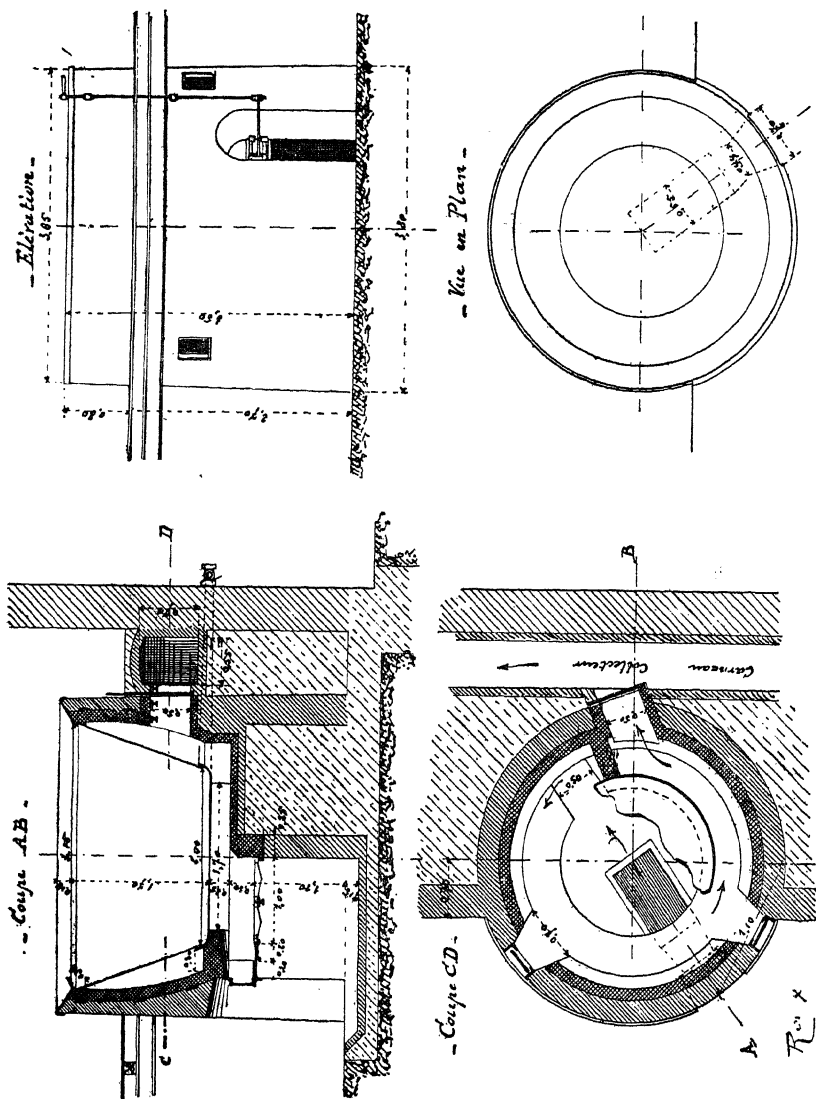



Fig. 19. — Chaudières à dissolutions ou fours bouilleurs.

Le fond est d'une seule pièce avec bord relevé ; il est fixé à la paroi par des rivets en cuivre rouge de 9 millimètres. La paroi est faite de

panneaux assemblés entre eux par des rivets de 6 millimètres avec recouvrement de 60 millimètres.

Ces chaudières (*fig.* 19 et 20) sont montées sur un fourneau en maçon-

Fig. 20. — Chaudières à dissolutions ou fours bouilleurs.

nerie avec grille de 1,00 × 0,55. Les flammes lèchent toute la surface du fond, puis montent contre les parois qu'elles contournent et s'échappent dans un carneau collecteur qui les conduit à la cheminée. Le bord supérieur des chaudières est raccordé avec une bavette annulaire en cuivre

de 2 millimètres et demi d'épaisseur, à profil incliné, qui empêche les liquides de venir au contact de la maçonnerie lorsque se produisent les gros bouillons d'une trop forte ébullition. Leur partie inférieure porte une tubulure conique de 150 millimètres de diamètre, qui vient se raccorder avec un robinet de vidange de 90 millimètres.

Le massif de maçonnerie a une hauteur totale de 3m,50 au-dessus du sol. On ménage un plancher placé à 0m,80 en contre-bas de la partie supérieure de la chaudière. Le dessous de ce plancher constitue la salle de chauffe des chaudières. Enfin les portes des foyers sont munies d'un dispositif qui permet aux ouvriers qui travaillent au-dessus du plancher de pouvoir ouvrir ces portes quand une trop forte ébullition menace de faire déborder le liquide.

La chaudière étant remplie d'eau-mère, on porte à l'ébullition et on verse peu à peu le mélange en poudre de lies et de tartres à 47 0/0 de bitartrate. Deux ouvriers munis de rames en bois brassent du mieux possible la masse non seulement dans le but de faciliter la dissolution, mais surtout pour empêcher la matière de se coller sur le fond, ce qui occasionnerait inmanquablement des coups de feu qui mettraient bientôt la chaudière hors de service. Quand toute la matière brute est introduite, on prolonge le chauffage et le brassage pendant quarante-cinq minutes encore; cette ébullition prolongée exerce une action nécessaire sur l'insolubilité de certaines substances qui souilleraient les eaux-mères et rendraient difficile leur emploi pour de nouvelles dissolutions.

On reconnaît que la dissolution est complète quand deux essais consécutifs à la burette donnent des résultats acidimétriques égaux. Pour une dissolution fixée à 40-42 grammes de bitartrate par litre, l'essai acidimétrique doit marquer 48 à 50° ; cette différence est nécessaire pour compenser la majoration due aux acides étrangers qui sont saturés par la liqueur sodique. Quand la cuite est terminée, on ferme le registre du four, on tombe le feu et on coule dans un cristallisoir d'une capacité égale à celle de la chaudière.

Sitôt après le coulage, un homme pénètre dans la chaudière et enlève les sablons rouges restés sur le fond. Ces sablons sont ensuite traités pour retirer sous la forme de tartrate de chaux tout l'acide tartrique qu'ils contiennent, voir page 102 (Traitement des résidus).

Le temps nécessaire pour une cuite de rouges est d'environ quatre heures, soit :

Pour porter l'eau-mère à l'ébullition.....	2h 30m	
Pour introduire le mélange des matières brutes en poudre.....................	15m	4 heures
Ébullition prolongée..................	45m	
Coulage et enlèvement des sablons.......	30m	

On emploie environ :

$8^{kg},7$ de matière brute à 47 0/0 par hectolitre d'eau vierge,
ou $6^{kg},2$ — — — d'eau-mère.

Une opération de 8.000 litres faite avec eaux-mères et 500 kilogrammes de matières brutes à 47 0/0 contient en bitartrate :

500 kilogrammes mélange matière brute à 47 0/0....	235 kg
Bitartrate dissous dans l'eau-mère employée :	
8.000 × 0,012..................................	96
	331 kg

Soit dissolution totale :

$$\frac{331}{8000} = 41 \text{ grammes par litre.}$$

Elle devrait rendre par conséquent un poids de cristaux rouges contenant 235 kilogrammes de bitartrate pur tandis qu'on ne retire, à l'état de cristaux à raffiner directement, que 220 kilogrammes à 8 0/0 d'humidité titrant 92 0/0 de pureté sur le sec, soit en bitartrate pur :

$$\left[(100 - 8) \times \frac{92}{100}\right] \times 220 = 186 \text{ kilogrammes.}$$

La différence 235 — 186 = 49 est ainsi répartie :

Contenu dans les sablons et transformé en tartrate de chaux.	7 kg	49 kg
Contenu dans les boues et transformé en tartrate de chaux.	10	
Bitartrate fin des dalles et lavages à repasser aux cuites....	12	
Bitartrate fin des dalles à mélanger aux cristaux.........	20	

Une cuite des rouges consomme environ 180-200 kilogrammes de charbon, elle donne comme résidus :

Deux cents kilogrammes de sablons à 50 0/0 d'eau titrant 6 à la burette et 5 d'acidité tartrique totale au Goldenberg sur l'humide ;

Huit cents litres de boues titrant 20 0/0 à la burette et 7 0/0 d'acidité tartrique totale.

Pour 100 kilogrammes de crème emballée, on doit compter moyennement :

Cent vingt kilogrammes de sablons rouges humides ;

Cinq cents litres de boues,

et avec des chaudières pour les blancs d'une capacité égale à celles des rouges, on fera $2\frac{1}{4}$ opérations aux rouges, y compris les repassages, pour produire les cristaux nécessaires à une opération des blancs.

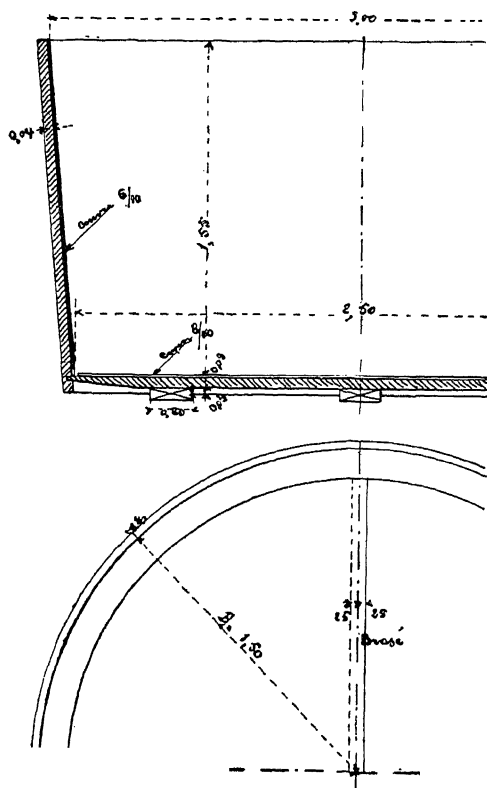
On fait des opérations dites de nettoyage avec le bitartrate fin recueilli dans les citernes, celui des dalles, dépôts des monte-jus, balayures, etc. Ces opérations se font exactement comme celles des matières brutes; mais, au lieu de quarante-cinq minutes, l'ébullition, après la charge, est prolongée pendant une heure et demie,

Cristallisation des rouges. — Les cristallisoirs pour les cristaux rouges pourraient être en cuivre nu; mais, pour diminuer les frais d'installation, on les construit le plus souvent en bois de pitchpin doublé de cuivre mince à l'intérieur. Ces cristallisoirs doivent avoir des dimensions suffisantes pour recevoir entièrement une opération des chaudières à cuites. Pour des chaudières de dimensions indiquées ci-dessus, on donnera à ces cristallisoirs:

Diamètre supérieur	3^m,000
— inférieur.....	2 500
Hauteur verticale......	1 550
Douelles de bois; épaisseur................	0 04
Douelles de bois; fond.	0 05

U. Roux.

Fig. 21. — Cristallisoirs des rouges.

Le fond du revêtement en cuivre est en deux pièces brasées suivant le diamètre avec recouvrement de 0^m,05; il a pour épaisseur $\frac{8}{10}$ de millimètre. La paroi est formée de cinq panneaux de $\frac{6}{10}$ de millimètre agrafés et soudés avec recouvrement de 40 millimètres. Le refroidissement de la solution dans les cristallisoirs demande de quatre à cinq jours, suivant la saison. La partie claire de l'eau-mère refroidie est siphonnée dans des rigoles ménagées dans le sol qui la conduisent dans une citerne. Citernes et rigoles sont revêtues de dalles en verre. L'eau-mère est reprise par une pompe centrifuge qui la renvoie dans les chaudières à dissolution pour traiter une nouvelle charge de matières

brutes. L'eau-mère contient 12 0/00 de bitartrate et 2 à 3 0/00 de SO^4H^2.

Il reste dans les cristallisoirs, après leur siphonnage, un fond boueux de $0^m,10$ à $0^m,15$ d'épaisseur, qui tient en suspension une grande propor-

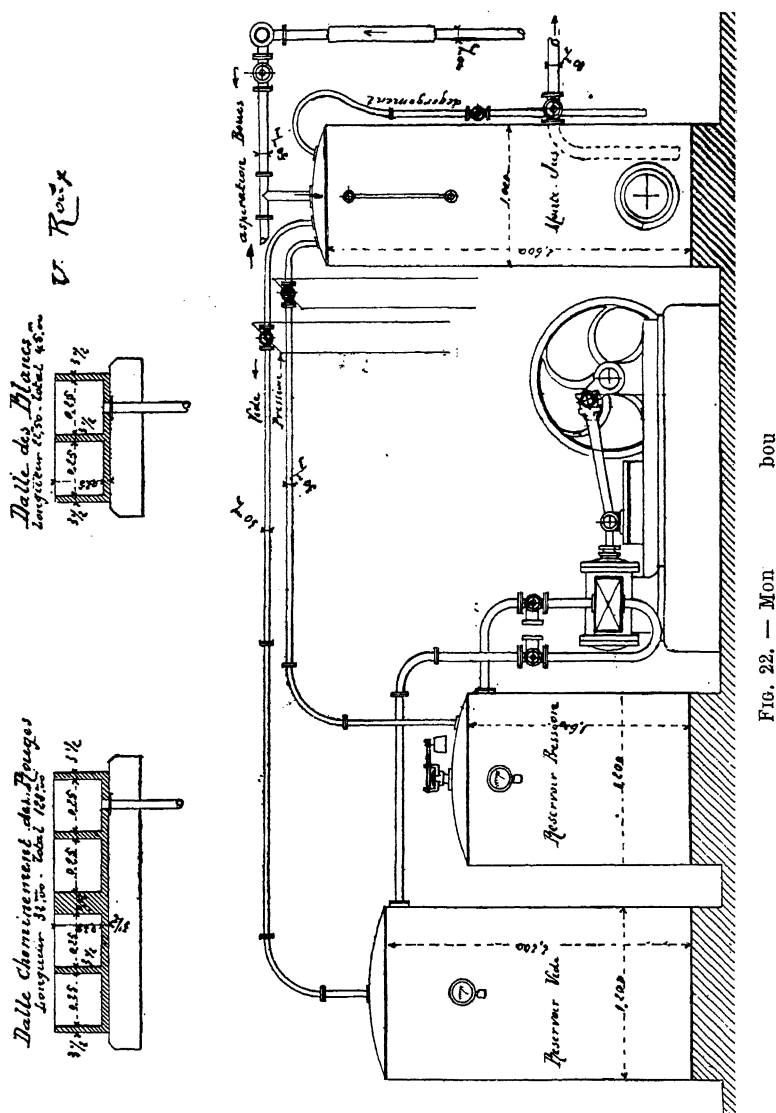



Fig. 22. — Mon bou

tion de cristaux très menus de bitartrate. On dilue cette boue avec la moitié de son volume d'eau-mère propre, on ramène les gros cristaux vers le centre du cristallisoir et, au moyen d'un tube en caoutchouc raccordé au tuyautage d'aspiration d'un monte-jus à air comprimé, on retire ces boues qui sont envoyées dans des dalles de décantation.

Le commencement de ces dalles retient les cristaux les plus lourds et les plus propres que l'on lave à la main dans un chaudron de cuivre et que l'on mélange dans la proportion de $\frac{1}{5}$ avec les cristaux à raffiner. Le reste du bitartrate des dalles, qui est très sale et mélangé à beaucoup d'impuretés, est redissous dans les chaudières des rouges et constitue une opération spéciale dite des *repassages*.

Les boues et les parties ligneuses qui sortent des dalles sont traitées avec les sablons rouges pour en retirer à l'état de tartrate de chaux tout l'acide tartrique qu'elles contiennent.

Un cristallisoir des rouges donne 800 litres de boues titrant 20 à la burette et 9 d'acidité totale. On peut compter également sur une production journalière de 500 litres de boues par 100 kilogrammes de crème emballée.

Quand on a enlevé la boue des cristallisoirs et nettoyé le fond, on détache au moyen d'une pince en cuivre les cristaux rouges qui sont attachés aux parois, et on les porte dans une vis lavante où ils sont débarrassés des grosses impuretés.

Lavages des cristaux rouges. — Le lavage est fait avec des eaux-mères propres et filtrées au besoin. La vis lavante (*fig.* 23) est constituée par une série de noix de bronze portant, venue de fonderie, une lame méplate et chantournée à 45°. Ces noix sont calées sur un arbre à section carrée de telle façon que chaque lame soit placée à 90° par rapport à ses voisines, ce qui forme une hélice à jour qui pousse la matière pendant que celle-ci reçoit une abondante pluie d'eau-mère propre. Cette vis est logée dans une caisse en tôle doublée de cuivre. On lui donne une inclinaison de $0^m,10$ par mètre pour faciliter l'écoulement de l'eau. La vitesse rotative de l'arbre est de 12 tours par minute.

L'eau de lavage, à sa sortie de la laveuse, passe dans des dalles de décantation où elle se dépouille du bitartrate fin qu'elle entraîne ; elle se rend ensuite dans la citerne des eaux-mères des rouges.

Le bitartrate fin recueilli dans les dalles est lavé à la main dans un chaudron de cuivre ; on le réunit ensuite à celui provenant des dalles de décantation des boues des cristallisoirs pour être mélangé aux cristaux à raffiner.

Les dimensions de la vis lavante se déterminent par la formule suivante :

$$D = 0,20 \times (0,05\,t).$$

D = diamètre décrit par les lames ;
t = production journalière de crème emballée en tonnes.
On fera la longueur totale L = 10D.

RAFFINAGE DES CRISTAUX ROUGES

Cuite des blancs. — Les chaudières de dissolution ou de cuite des blancs sont exactement semblables à celles des rouges ; même contenance totale de 90 hectolitres et même disposition de fourneau.

Pour faire une cuite, on remplit la chaudière avec des eaux-mères blanches provenant d'une précédente opération ; on porte à l'ébullition et on introduit une quantité convenable de cristaux rouges pour porter la dissolution à 62-64 grammes de bitartrate par litre de liqueur.

La quantité de cristaux à employer se calculera ainsi :

Dissolution totale à obtenir : 8.000l × 0,063.........	504kg
Bitartrate contenu dans l'eau-mère : 8.000 × 0,014..	112
Bitartrate à ajouter......................	392kg

Les cristaux rouges contiennent 8 0/0 d'eau et titrent 92 0/0 de pureté ; 100 kilogrammes de ces cristaux renferment donc :

$$(100 - 8) \times \frac{92}{100} = 84{,}6 \text{ de bitartrate pur,}$$

et pour fournir les 392 kilogrammes de bitartrate nécessaire pour la cuite, nous devrons mettre :

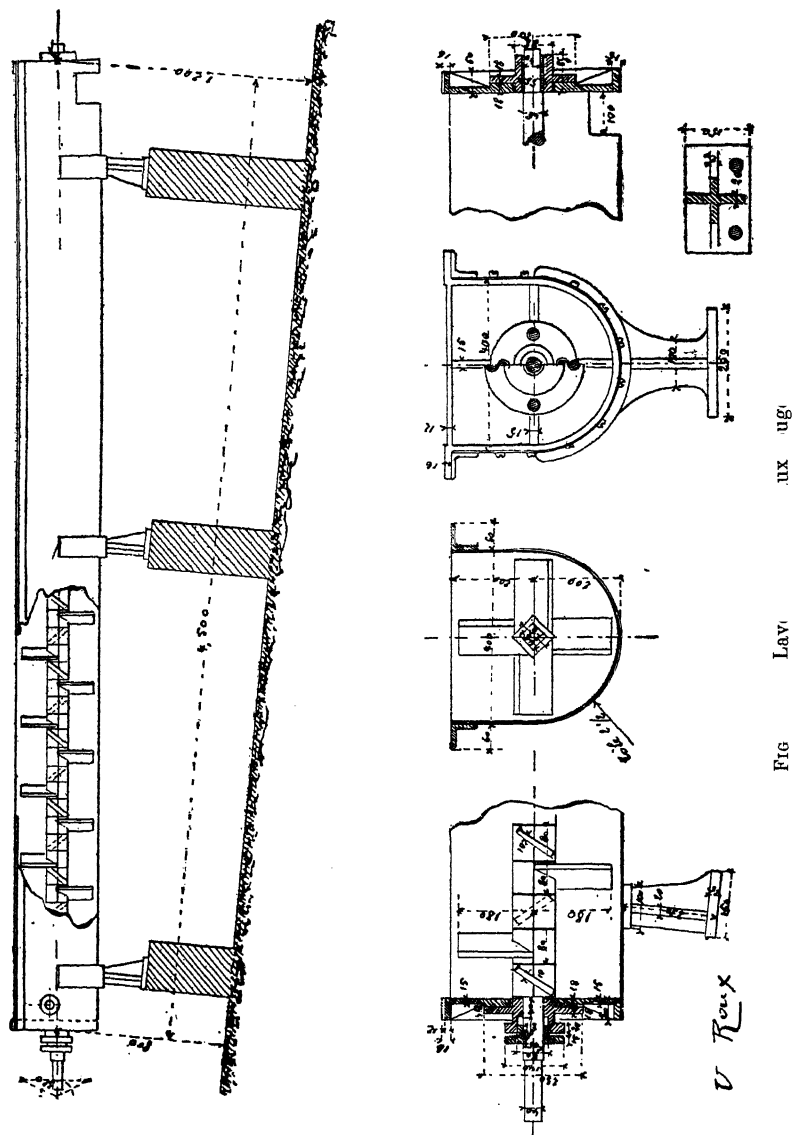
$$\frac{392}{84{,}6} = 463 \text{ kilogrammes de cristaux humides.}$$

On brasse tout le temps exigé pour que la dissolution s'accomplisse entièrement. Pour une dissolution à 62-64 grammes par litre, la burette devra marquer 68° à 70° avec eaux-mères qui ne sont pas trop chargées d'acide sulfurique. Quand les eaux-mères contiennent une grande proportion de cet acide, on ne doit considérer la dissolution terminée que lorsque la burette marque 72°-74°.

Quand la dissolution est terminée, on met dans la chaudière environ 12-15 kilogrammes de noir lavé en pâte pour décolorer la liqueur, puis 120-130 kilogrammes de kaolin ou terre de pipe préalablement dilué dans l'eau et finalement 3 à 4 kilogrammes d'acide sulfurique à 66° allongé de 2 fois son poids d'eau. On tombe ensuite le feu, on laisse en repos pendant cinq minutes pour laisser déposer les insolubles ou sablons, et on coule la charge dans un cristallisoir des blancs où on laisse refroidir pendant quatre à cinq jours.

Le kaolin se dépose lentement dans le cristallisoir en enveloppant et

entraînant le noir et les matières en suspension ; il produit ainsi la clarification du liquide.

L'emploi de l'acide sulfurique dans la cuite des blancs a pour but de

purger la solution du tartrate de chaux qu'elle tient en suspension ou en dissolution, lequel, s'il n'était éliminé, serait englobé par les cristaux de bitartrate et diminuerait leur degré de pureté. L'acide sulfurique transforme ce tartrate en acide tartrique qui reste dissous et en sulfate de

chaux qui précipite dans le chaudron en même temps que les sablons.

On emploie six heures pour faire une cuite de blancs. Ce temps se décompose ainsi :

Pour porter l'eau-mère à l'ébullition......	3h 00m	6 heures
Introduction cristaux rouges............	1h 30m	
Ébullition prolongée....................	30m	
Attente après avoir mis le noir..........	15m	
— — la terre de pipe..	20m	
— tombée du feu............	5m	
Coulage et enlèvement des sablons......	20m	

Les sablons blancs sont lavés sur un tamis en toile de cuivre aux mailles suffisamment serrées pour retenir les cristaux de bitartrate indissous qui y sont mélangés. On immerge à moitié ce tamis dans une caisse à eau et on remue à la main la masse de sablons. Les cristaux sont retenus par les mailles du tamis, tandis que le tartrate de chaux et la terre de pipe tombent au fond de la caisse, d'où ils sont ensuite retirés pour être envoyés à la fabrication de l'acide tartrique.

Le bitartrate recueilli est mélangé aux cristaux rouges d'une raffination suivante.

Une opération aux blancs consomme 220-240 kilogrammes de charbon. On en retire 55 kilogrammes de sablons blancs humides à 25 0/0 d'eau titrant 6 0/0 à la burette et environ 30 0/0 d'acidité tartrique totale. On peut aussi compter une production de 16 kilogrammes de sablons blancs humides par 100 kilogrammes de crème emballée.

Une cuite des blancs devrait donner 392 kilogrammes de bitartrate emballé, mais on n'en retire que 350 kilogrammes en moyenne, le reste demeurant dans les sablons, lavages, fins, nettoyages, etc.., que l'on repasse soit aux blancs, soit aux rouges.

Avec des chaudières de mêmes dimensions, on doit compter 2 à 2,5 opérations rouges pour alimenter une opération de blanc.

Pour 1 hectolitre de chaudron de blancs, on emploie : 0kg,15 de noir, 1kg,5 de terre de pipe, et on retire 4kg,5 de crème emballée.

Cristallisoirs des blancs. — Les cristallisoirs des blancs sont en cuivre nu de 1 millimètre et demi d'épaisseur, leur capacité est égale à celle de la chaudière à cuites.

Le fond est en deux pièces brasées suivant le diamètre ; son assemblage avec les parois se fait au moyen de rivets en cuivre de 4 millimètres de diamètre. La partie supérieure de ces cristallisoirs est renforcée par une cornière de fer de 40 $\times$ 40.

Pour éviter que le bitartrate ne se colore au contact trop intime des

parois de cuivre, et aussi pour faciliter l'enlèvement des cristaux, on a la précaution, avant de couler la solution blanche, de bien laver et de brosser l'intérieur des cristallisoirs et de passer au moyen d'un balai un badigeon de terre de pipe délayée qui sert d'isolant. Certains industriels poussent même la précaution jusqu'à recouvrir ce badigeon de grandes feuilles de papier dans le but d'écarter le plus possible tout contact métallique.

U. Roux.

Fig. 24. — Cristallisoir des blancs.

Peu après le coulage, il se forme à la surface du liquide une légère peau cristalline, qui peu à peu augmente d'épaisseur et finit par former une croûte dure et résistante. Cette croûte doit être conservée soigneusement pendant toute la durée de la cristallisation ; car, outre que sa chute ferait remonter le dépôt boueux du noir qui viendrait ainsi souiller la cristallisation, sa disparition laisserait le liquide au contact de l'air, et il s'ensuivrait des oxydations qui donneraient une coloration jaunâtre aux cristaux.

L'eau-mère refroidit pendant quatre à cinq jours. Après son refroidissement, on siphonne la partie claire qui est envoyée dans une citerne et qui servira pour une opération suivante. Un homme chaussé de sabots pénètre alors dans le cristallisoir et recueille tous les cristaux du fond, lesquels, se trouvant mélangés au noir et à la terre de pipe, sont très sales et devront être lavés séparément. La boue du fond est aspirée par un monte-jus semblable à celui des boues rouges, puis on lave le fond du cristallisoir, et finalement on détache les cristaux blancs en frappant avec une masse de bois sur la paroi des cristallisoirs.

Les boues aspirées par le monte-jus sont envoyées dans des dalles de décantation semblable à celle des rouges. Le bitartrate déposé dans ces

dalles contient une trop grande proportion de noir et d'impuretés pour être mélangé à la crème ; on le repasse aux rouges en le mélangeant à une opération de nettoyages. La partie liquide de ces boues s'écoule dans la citerne des eaux-mères rouges.

Enfin, le dépôt très dense composé de bitartrate fin qui reste dans les cristallisoirs après l'aspiration des boues est lavé à la main et mélangé ensuite aux cristaux rouges à raffiner.

Lavage des cristaux blancs. — Les cristaux, à leur sortie des cristallisoirs, sont passés dans un broyeur à rouleaux lisses (*fig.* 25), qui les divise et les concasse pour faciliter leur lavage, qui doit être fait avec soin.

Fig. 25. — Broyeur à cristaux blancs.

Ce broyeur se compose d'une paire de rouleaux en fonte revêtus d'une chemise de bronze de $0^m,24$ de diamètre et $0^m,60$ de longueur, ayant une vitesse rotative de 24 tours par minute.

Deux vis de rappel permettent de faire varier leur écartement. Ces rouleaux sont montés sur deux chevalets en fonte. Le bitartrate est versé dans une trémie qui le fait passer entre les rouleaux et tombe ensuite dans une vis lavante placée directement au-dessous et dans son axe.

La laveuse (*fig.* 26) est composée essentiellement d'une vis d'Archimède en bronze faite d'une série de noix qui sont fixées sur un arbre tournant à une vitesse de 12 tours par minute. La vis est placée dans une auge en fer à fond demi-cylindrique, doublée intérieurement d'une feuille de cuivre mince ; on lui donne une inclinaison de $0^m,15$ par mètre vers l'entrée de la crême. La crême est entraînée le long de la vis pendant que

par un tube horizontal percé de petits orifices, l'eau arrive en pluie fine et continue. Le lavage se fait à l'eau vierge.

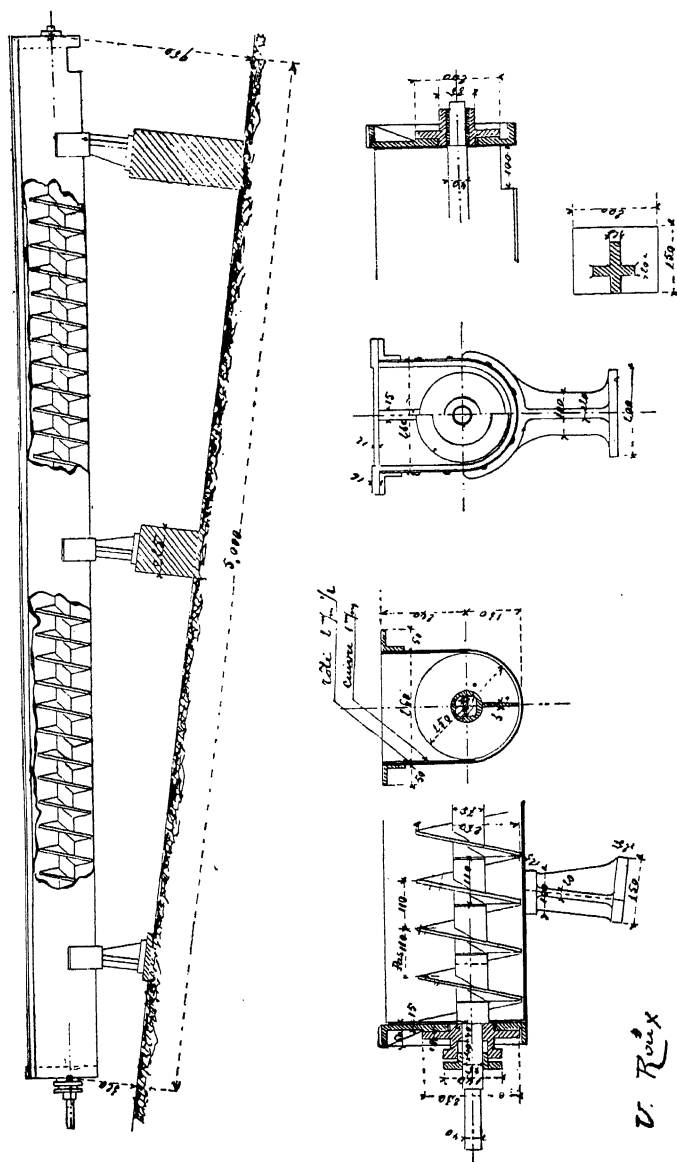



Fig. 26. — Laveuse des cristaux blancs.

Cette eau, à sa sortie de la laveuse, traverse une dalle de décantation où elle laisse déposer le bitartrate fin qu'elle avait entraîné ; elle s'écoule ensuite dans la citerne des eaux-mères des rouges. Les cristaux lavés

sont portés dans des essoreuses centrifuges où ils sont essorés et séchés.

Les dimensions convenables à donner à la vis lavante s'obtiennent par les formules suivantes :

Diamètre....................	$D = 0,18 + (0,02t)$;
Pas........................	$P = 0,45\ D$;
Longueur...................	$L = 20\ D$.

t = production journalière en tonnes de crème emballée.

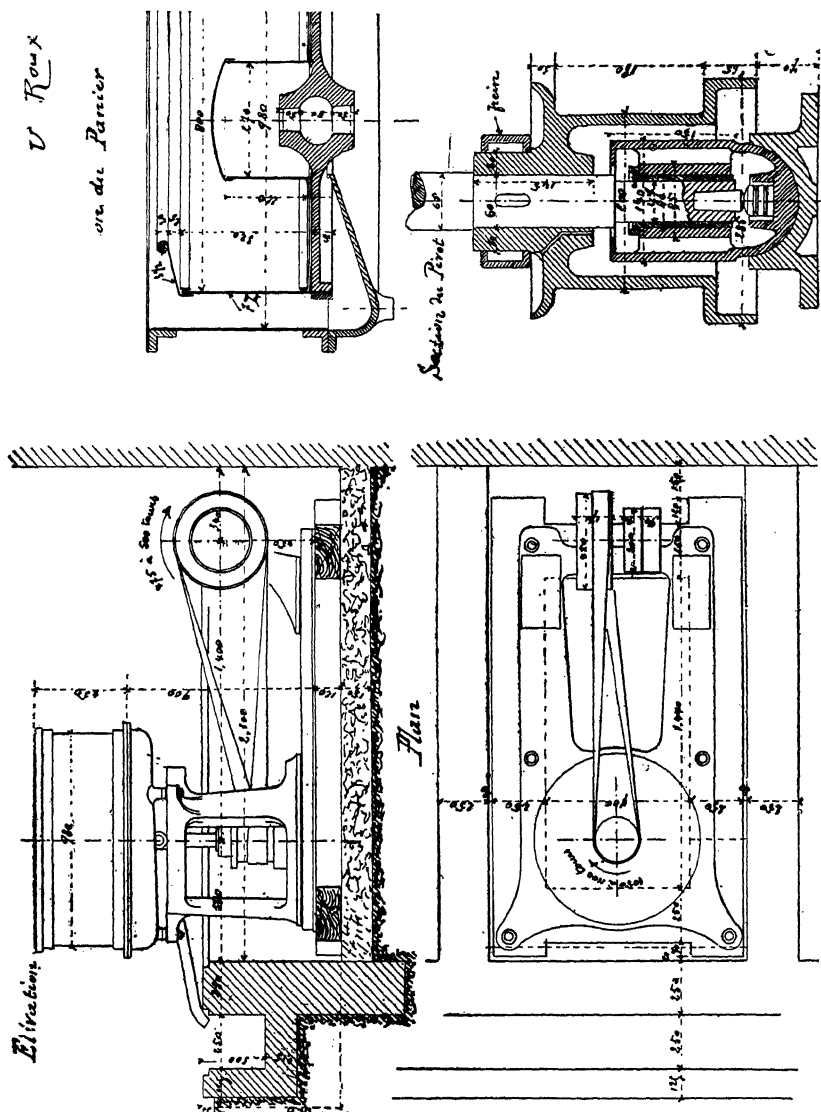



FIG. 27. — Essoreuse type l 'gha

Essorage à la turbine centrifuge. — Les dimensions les plus pratiques des essoreuses ou turbines centrifuges à employer pour le séchage de la crème sont celles qui correspondent à un panier de 0m,800 de diamètre. On met 80 kilogrammes de bitartrate pour une turbine. Une opération dure une heure et demie à deux heures. Une essoreuse sèche journellement 500 kilogrammes de crème.

On choisit de préférence les essoreuses à mouvement *en dessous*, qui ont le dessus du panier complètement libre, disposition qui facilite beaucoup le chargement et le déchargement. Ces appareils marchent à une vitesse de 1.000 à 1.100 tours par minute.

La force qui pousse la matière contre le panier perforé (force centrifuge) est proportionnelle au carré de la vitesse et à la masse de cette matière, et en raison inverse du rayon du cercle décrit.

$I = \frac{mV^2}{R}$. La masse $m = \frac{P}{g}$, d'où

$$I = \frac{PV^2}{9,81R}.$$

La pression de la matière sur la circonférence extérieure sera :

$$p^1 = \frac{I}{3,14Dh} \text{ (D et } h \text{ en centimètres).}$$

P = poids de matière dans une turbinée.
g = 9,81.
V = vitesse circonférentielle en mètres par seconde.
D = diamètre du panier en mètres.
R = rayon $= \frac{D}{2}$.
n = tours du panier par minute.
h = hauteur du panier.

L'effort qui tendra à rompre les deux parois du panier est :

$$F = \frac{0,63\,(P + P')\,V^2}{9,81\,R}.$$

La force motrice absorbée en pleine vitesse :

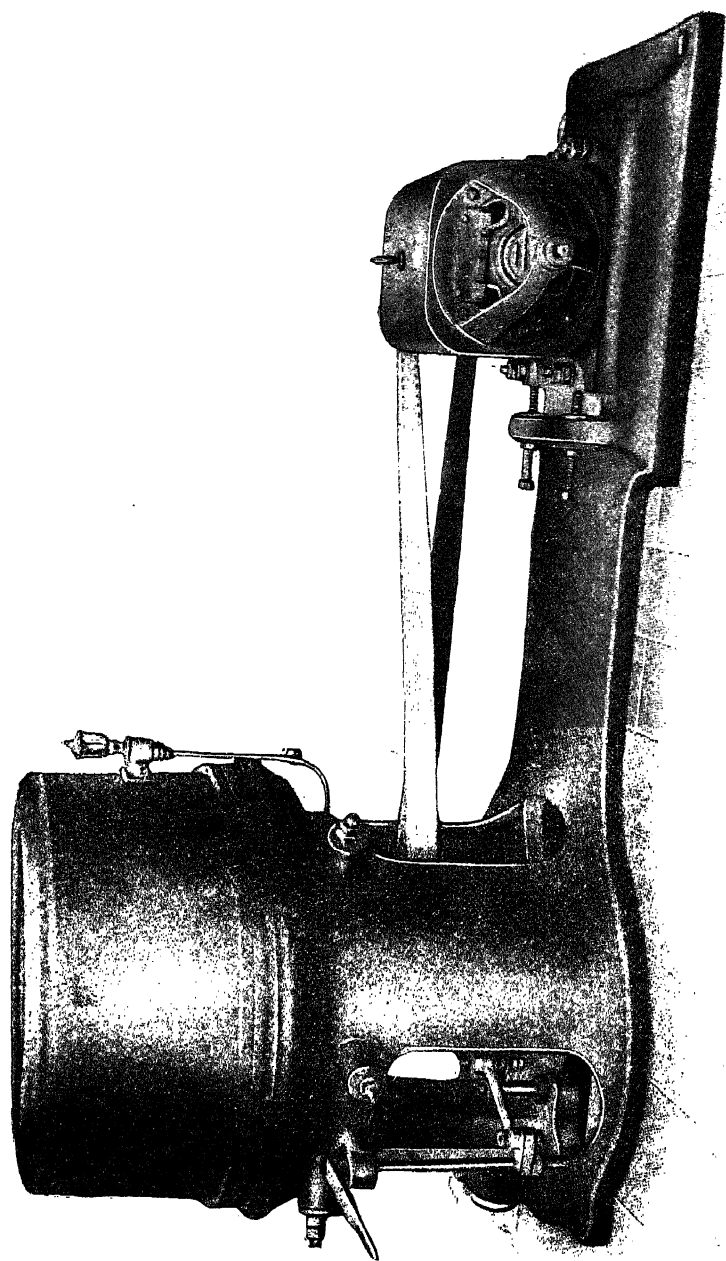
$$F_1 = \frac{0,1rfPn}{75} \text{ en chevaux-vapeur.}$$

Le travail pour imprimer le démarrage :

$$F_2 = \frac{PV}{2gt'' \times 75} \text{ en chevaux-vapeur.}$$

L'effort total du démarrage :

$$F_t = \frac{F_1 + F_2}{2}.$$

P' = poids du panier.
r = rayon du pivot de l'arbre.
f = coefficient de frottement = 0,07.
P = poids total du panier, arbre et matière.
n = tours du panier par minute.
t'' = nombre de secondes que dure le démarrage.

bine centrifuge.

Pour les détails des formules et l'étude des divers systèmes [des essoreuses centrifuges, voir la note II (Appendice), page 476.

Mouture et emballage. — La crème sèche en sortant des turbines est réduite en poudre impalpable, puis emballée pour son expédition.

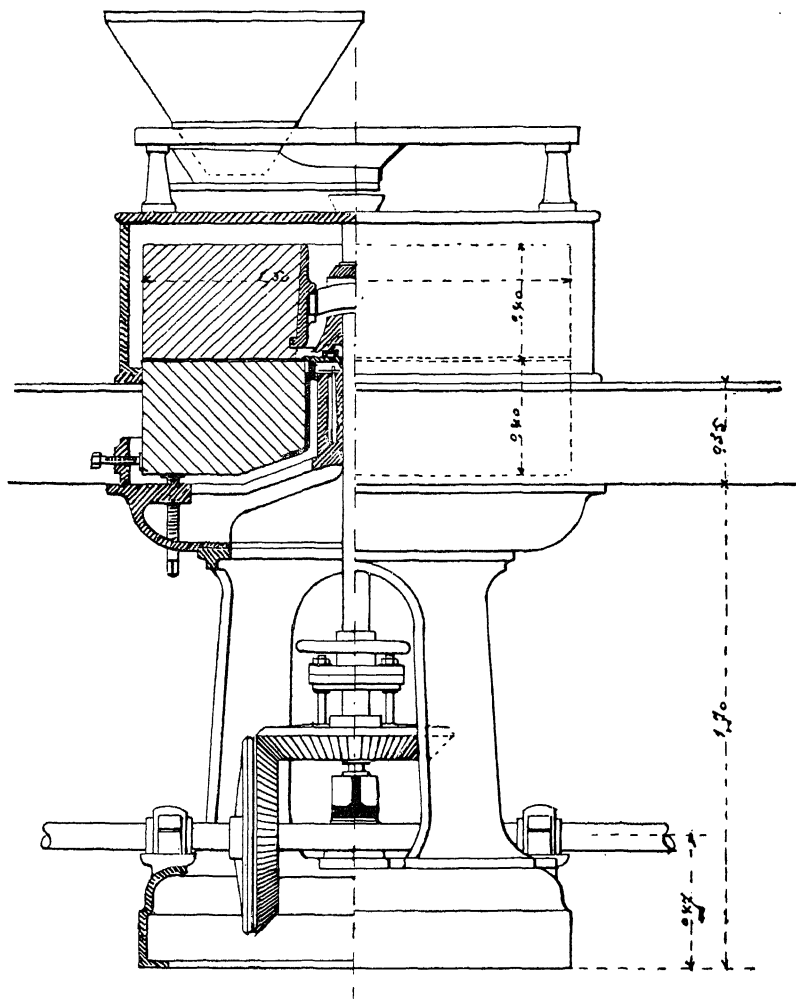



Fig. 29. — Moulin à crème de tartre.

Les moulins qui se prêtent le mieux à la mouture de la crème sont les moulins à meules horizontales de silex que nous avons décrits pour la mouture des matières premières (p. 67).

Les dimensions à adopter se déduiront du tableau suivant :

Diamètre des meules......	0m,90	1m,00	1m,10	1m,20	1m,30	1m,40	1m,50
Crème moulue par heure..	185kg	200kg	225kg	250kg	300kg	350kg	400kg
Tours par minute	180	160	145	130	120	110	100
Force en chevaux-vapeur..		2ch,5	3ch	3ch,5	4ch	5ch	6ch

La crème moulue, en sortant du moulin, tombe dans la caisse d'un élévateur à godets qui la transporte dans un blutoir, d'où elle sort en poudre impalpable. Ce blutoir est garni d'une soie gaze extra-forte de Zurich n° 12. On compte sur une surface de 9 mètres carrés de soie pour la production journalière de 1 tonne de crème.

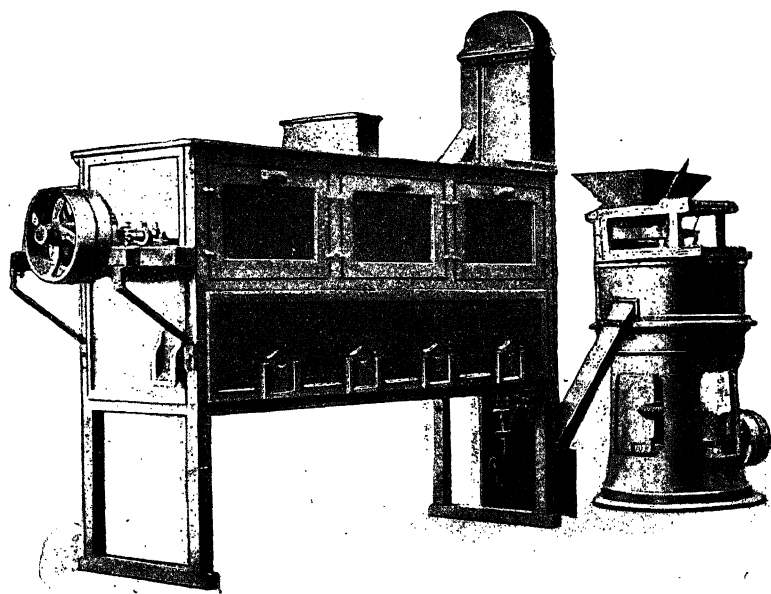



Fig. 30. — Ensemble d'une bluterie crème de tartre.

Le blutoir est hexagonal ; son diamètre circonscrit le plus convenable serait 1 mètre, soit un développement de 3 mètres. La longueur correspondant à 9 mètres carrés de soie nécessaire pour 1 tonne de crème journalière est $\frac{9}{3} = 3$ mètres. Donc, la longueur sera fixée par $L = 3t$ (t = production journalière de crème). Mais, pour une longueur dépassant 7 mètres, on aura intérêt à la diviser en deux blutoirs que l'on placera côte à côte dans une même caisse. On donne aux blutoirs une in-

clinaison de $\frac{1}{20}$ de leur longueur ou $0^m,05$ par mètre, et une vitesse de 25 tours par minute. La puissance en chevaux absorbée par un blutoir

U. Roux.

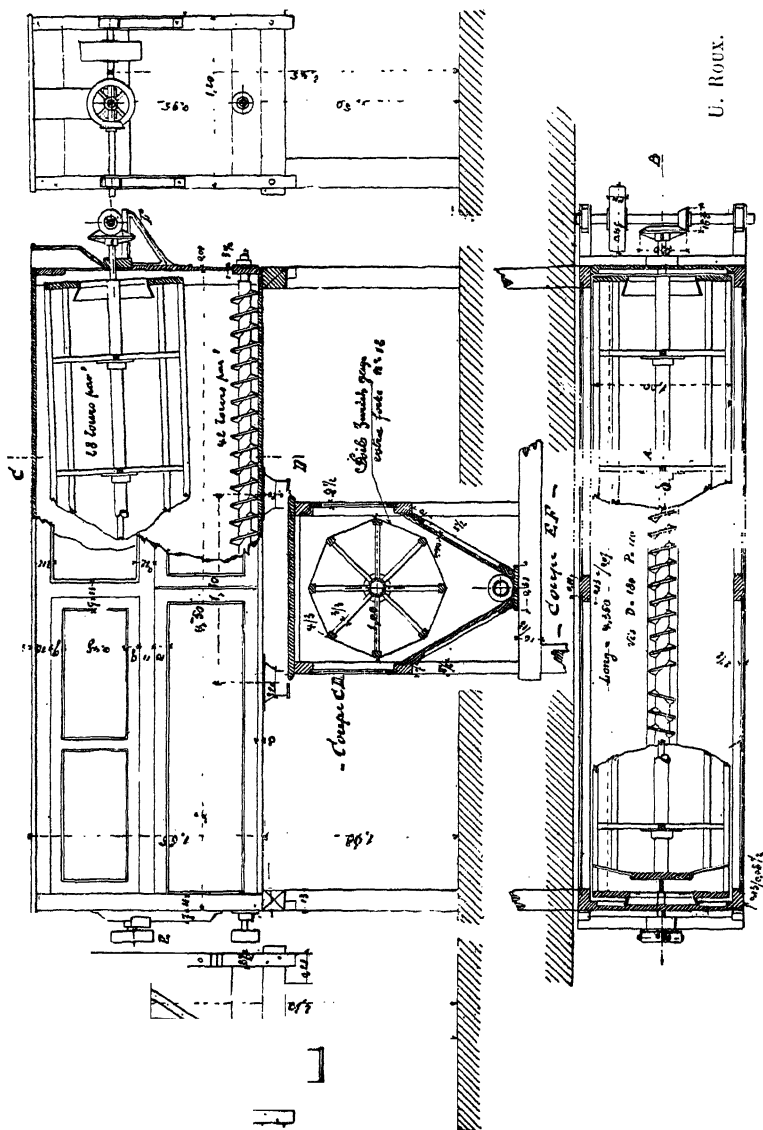



Fig. 31. — Détails d'un blutoir.

peut s'admettre égale à $\frac{1}{20}$ de la longueur, soit par tonne de crème :

$$F = \frac{3\,t}{20} = 0{,}15 \text{ cheval-vapeur.}$$

La crème réduite en poudre impalpable est logée habituellement dans des fûts de un, cinq ou dix cwts ou quintaux anglais, chaque cwt étant compté à 50kg,800 net. Pour les fûts de 1 cwt, on ensache d'abord la crème dans une enveloppe de calicot blanc que l'on place dans le fût. Pour des emballages de 5 ou 10 cwts, on se contente de tapisser l'intérieur des fûts avec un papier bleu d'emballage qui empêche le tamisage et donne une apparence plus flatteuse au produit dont il fait ressortir la blancheur.

Il arrive parfois que la crème possède une légère coloration jaunâtre qui rend sa blancheur douteuse et lui enlève son éclat, ce qui la déprécie aux yeux des acheteurs. On modifie cet aspect en mélangeant avant la mouture 2 à 4 0/00 de crème cristallisée bleutée préparée en arrosant une turbinée de cristaux blancs avec une dissolution froide de bleu d'aniline.

Crème 1° blanc de Béziers ou de Saint-Thibéry. — Le procédé de fabrication de la crème que nous venons de décrire est celui actuellement employé dans les grandes fabriques françaises ; c'est le procédé originaire de Saint-Thibéry perfectionné par M. Martignier.

Anciennement on n'employait pas de cristallisoirs indépendants, les fours bouilleurs servaient eux-mêmes de cristallisoir. Lorsque la cuite était terminée, on recouvrait le chaudron de panneaux de bois qui formaient couvercle et on laissait ainsi refroidir et cristalliser les liqueurs. Le massif de maçonnerie sur lequel étaient montées les chaudières cédait très lentement sa chaleur et retardait considérablement le refroidissement des liqueurs, ce qui favorisait la formation de gros cristaux bien cristallisés et très appréciés des acheteurs.

Mais cette méthode ne pouvait guère se prêter à un grand travail industriel.

Le refroidissement des liqueurs qui, dans les cristallisoirs séparés, s'accomplit en quatre jours et exige par conséquent quatre cristallisoirs pour une cuite journalière, demande huit jours dans les chaudrons, ce qui correspond à huit fours bouilleurs. Une cuite aux blancs donnant 370 kilogrammes de crème environ demande 2 à 2,5 cuites aux rouges ; on devrait donc pour un travail continu installer huit fours bouilleurs pour les blancs et seize à vingt fours bouilleurs pour les rouges, soit un total de vingt-quatre à vingt-huit fours pour une seule production journalière de 375 kilogrammes de crème.

Ceci constituerait évidemment pour la grande industrie une dépense d'installation considérable et une complication de travail nullement en rapport avec la quantité de produit retiré. D'où la nécessité d'installer des cristallisoirs indépendants à parois minces pour hâter le refroidisse-

ment des liqueurs; mais, au lieu des gros cristaux d'autrefois, on n'obtient plus qu'une cristallisation menue, informe, qui a obligé la mouture du produit. Pourtant le procédé primitif de Saint-Thibéry est encore usité dans les petites fabriques en France, en Italie et en Catalogne, où on ne se soucie pas d'obtenir des crèmes pures. Le noir est employé brut, en poudre, avec tout le carbonate et le phosphate de chaux qu'il contient, ce qui donne une formation abondante de tartrate de chaux, et on ne met pas d'acide sulfurique ou chlorhydrique dans le cuites pour purger les liquides de ce tartrate de chaux.

La crème produite se présente en gros cristaux laiteux ayant une belle apparence, mais ne titrant guère que 90° de pureté. C'est cette crème que l'on appelle 1° *blanc de Saint-Thibéry ou de Beziers*; elle se vend aux 100 kilogrammes sans aucune mention ni garantie de titre ou de pureté.

Le cours de cette crème sur les marchés est pris comme base pour établir les prix des crèmes riches à gradations fixées et garanties.

Crèmes garanties de Montpellier. — Les exigences des acheteurs qui imposent aujourd'hui pour les crèmes un titre déterminé souvent très élevé, lequel doit être garanti puisqu'il constitue la base de prix du contrat, ont mis les fabricants dans la nécessité de produire des crèmes à haut titre.

C'est M. Martignier, le grand industriel d'Agde (autrefois à Montpellier) qui, le premier, a mis sur le marché des crèmes garanties à 98 0/0 de pureté.

Parmi les impuretés qui diminuent le titre de la crème 1° blanc, le tartrate de chaux s'y rencontre pour les $\frac{9}{10}$ de leur totalité. Ce tartrate est introduit dans la fabrication en même temps que les tartres et les lies qui en renferment toujours une proportion plus ou moins grande. Il peut aussi se former en cours de fabrication et au détriment du bitartrate, si on emploie du noir insuffisament lavé et contenant encore des sels de chaux ou bien si on se sert dans la fabrication des eaux naturellement calcaires.

Le tartrate de calcium est peu soluble dans l'eau froide; mais, avec l'élévation de la température et en présence du bitartrate de potassium, sa solubilité devient :

Température.	Masse dissoute.	
20°	1g,0	par litre d'eau
40°	1 ,8	—
60°	2 ,9	—
80°	4 ,5	—
100°	6 ,5	—

Ce tartrate qui est en dissolution cristallise en même temps que le bitartrate et ne peut en être séparé; c'est sa présence qui donne l'opalescence aux cristaux de crème 1° blanc.

Si on observe la marche de la fabrication que nous avons décrite, on remarquera qu'elle tend constamment à éliminer le tartrate de chaux du produit raffiné.

Le lavage des cristaux rouges, l'enlèvement des boues, le retour aux cuites des rouges du bitartrate fin des dalles et des lavages des cristaux blancs, sont des opérations qui visent surtout à empêcher le tartrate de chaux de pénétrer dans les cuites des blancs.

Enfin l'emploi de l'acide sufurique ou chlorhydrique dans les cuites des blancs a seulement pour but de décomposer la quantité de tartrate de chaux qui accompagne inévitablement le produit à raffiner. L'acide sulfurique le décompose en sulfate de chaux qui précipite et en acide tartrique qui reste en dissolution dans l'eau-mère. De cette façon on obtient des crèmes titrant 98°-98°,5 de pureté. Les grandes fabriques acceptent même des contrats pour 98°,5-99° ; mais ce bitartrate est préparé spécialement en faisant digérer pendant douze heures dans de l'eau acidulée à 5 0/0 d'acide chlorhydrique les cristaux menus blancs qui sortent de la laveuse.

En mélangeant à la crème moulue des matières inertes ayant la même apparence, on peut obtenir toutes les gradations inférieures désirées. La crème garantie est toujours en poudre.

Mélanges à gradations déterminées. — Aujourd'hui le commerce demande la plus grande partie de la crème de tartre au titre de 98° ; mais il demande aussi des titres de 95, 92, 90, 85, et même 80°. On ne peut songer évidemment à sortir ces divers produits tels quels de la fabrication, car ce serait pratiquement impossible. On a donc recours à des mélanges de la crème avec une matière inerte possédant la même apparence, mais n'exerçant aucune action chimique sur elle.

On emploie pour ces mélanges le sulfate de chaux cru que l'on trouve dans le commerce en poudre impalpable sous le nom de *blanc minéral*. Une des qualités les plus blanches et les plus employées provient de Moutiers (Savoie). Son prix est de 16 francs la tonne. Sa composition chimique est la suivante :

Sulfate de calcium..................	98,2
Magnésie............................	0,8
Potasse.............................	0,5
Soude...............................	0,3
Indéterminés........................	0,2
	100,0

Pour fixer la quantité de sulfate de calcium à mélanger à une crème pour en baisser le titre, on se sert de la règle des mélanges.

Ainsi, la quantité de sulfate de calcium à mélanger à une crème de 981, pour obtenir 3.000 kilogrammes de mélange à 85°, s'obtiendra de la façon suivante :

Excès de gradation de la crème employée....	$98{,}1 - 85 = 13{,}1$
Déficit de gradation du sulfate de calcium....	$85 - 0 = 85$
	98,1

d'où :

Crème à employer..	$\frac{3000 \times 85}{98{,}1} = 2600$	3.000 kilogrammes de mélange à 85°
Sulfate de calcium..	$\frac{3000 \times 13{,}1}{98{,}1} = 400$	

Quelquefois le problème se présente d'une autre façon. Par exemple :

Soit à déterminer le sulfate de calcium nécessaire pour porter à 85° 2.600 kilogrammes de crème à 98,1. Nous ferons simplement :

Poids total du mélange que l'on obtiendra :

$$\frac{2600 \times 98{,}1}{85} = 3.000 \text{ kilogrammes,}$$

et le sulfate de chaux à mélanger sera :

$$3000 - 2600 = 400 \text{ kilogrammes.}$$

On peut se trouver souvent dans la nécessité de mélanger deux crèmes de titres différents pour obtenir un produit à gradation intermédiaire. On appliquera encore dans ce cas la même règle.

Soit à faire un mélange à 95° en employant deux crèmes à 98°,3 et 92°,6 ; nous poserons :

Excès de gradation de la crème la plus riche....	$98{,}3 - 95 = 3{,}3$
Déficit de gradation de la crème la plus pauvre..	$95 - 92{,}6 = 2{,}4$
	5,7

d'où :

Crème à 98° 3 à employer...	$\frac{3000 \times 2{,}4}{5{,}7} = 1.270$ kilogrammes
Crème à 92° 6 à employer...	$\frac{3000 \times 3{,}3}{5{,}7} = 1.730$ —
	3.000 kilogrammes à 95°

On aura évidemment une tendance à forcer légèrement la gradation

désirée pour ne point risquer de se trouver en déficit si la crème absorbait un peu d'humidité en cours d'expédition.

Pour éviter les calculs, nous avons dressé les tableaux suivants, qui se rapportent aux mélanges avec sulfate de chaux ou de crèmes de gradations différentes.

Les mélanges se font en employant la crème telle qu'elle sort des turbines avant sa mouture. On étend d'abord la crème sur une faible épaisseur et on saupoudre toute la surface avec le sulfate de chaux. On fait ensuite un tas que l'on coupe et recoupe à la pelle, puis on passe le tout au moulin et ensuite au blutoir. Le mélange est ainsi très intime et la gradation bien uniforme.

On devra faire en sorte que le refus du blutoir retourne régulièrement au moulin, car ce refus, qui est exclusivement composé de crème en menus cristaux, se sépare du mélange en y laissant une quantité proportionnelle de sulfate de chaux qui diminuerait le titre de l'ensemble. Généralement on préfère laisser dans le blutoir le refus d'une précédente mouture, et repasser les deux ou trois premiers sacs de poudre qui sortent du blutoir.

SULFATE DE CALCIUM A MÉLANGER POUR BAISSER LES TITRES DES CRÈMES

SULFATE DE CALCIUM ENTRANT DANS 100 KILOGRAMMES DE MELANGE

TITRE DE LA CRÈME A BAISSER	TITRE DU MÉLANGE A OBTENIR							
	80°	82°	85°	90°	92°	93°	94°	95°
82°	2kg,3	»	»	»	»	»	»	»
83°	3 5	1kg,1	»	»	»	»	»	»
84°	4 7	2 2	»	»	»	»	»	»
85°	5 8	3 5	»	»	»	»	»	»
86°	6 9	4 6	1kg,0	»	»	»	»	»
87°	7 9	5 7	2 1	»	»	»	»	»
88°	9	6 7	3 3	»	»	»	»	»
89°	10	7 8	4 4	»	»	»	»	»
90°	11	8 8	5 5	»	»	»	»	»
91°	12	9 9	6 6	1kg,0	»	»	»	»
92°	13	10 8	7 5	2 0	»	»	»	»
93°	13 9	11 7	8 5	3 0	0kg,9	»	»	»
94°	14 8	12 7	9 5	4 0	1 9	0kg,9	»	»
95°	15 7	13 6	10 5	5 1	2 9	1 9	0kg,9	»
96°	16 6	14 5	11 4	6 1	4	2 9	1 9	0kg,9
97°	17 5	15 4	12 3	7 1	5	4	2 9	1 9
98°	18 3	16 3	13 2	8 1	6	5	4	2 9
99°	19	17	14	9	7	6	5	4

SULFATE DE CALCIUM A MÉLANGER A 100 KILOGRAMMES DE CRÈME

TITRE DE LA CRÈME A BAISSER	TITRE DU MÉLANGE A OBTENIR							
	80°	82°	85°	90°	92°	93°	94°	95°
82°	2kg,4	»	»	»	»	»	»	»
83°	3 6	1kg,2	»	»	»	»	»	»
84°	4 9	2 3	»	»	»	»	»	»
85°	6	3 6	»	»	»	»	»	»
86°	7 4	4 8	1kg,1	»	»	»	»	»
87°	8 5	6	2 2	»	»	»	»	»
88°	9 8	7 1	3 4	»	»	»	»	»
89°	11 1	8 4	4 6	»	»	»	»	»
90°	12 4	9 6	5 8	»	»	»	»	»
91°	13 6	10 9	7	1kg,1	»	»	»	»
92°	14 9	12 1	8 1	2 1	»	»	»	»
93°	16 1	13 2	9 2	3 1	1kg	»	»	»
94°	17 3	14 5	10 4	4 1	2	1kg	»	»
95°	18 6	15 7	11 7	5 3	3	2	1kg	»
96°	19 9	16 9	12 8	6 4	4 1	3	2	1kg
97°	21 2	18 2	14	7 7	5 2	4 1	3	2
98°	22 3	19 4	15 2	8 8	6 3	5 2	4 1	3
99°	23 4	20 4	16 2	9 8	7 5	6 3	5 2	4 1

PROPORTIONS DU MÉLANGE DE DEUX QUALITÉS DE CRÈME DE TITRES DIFFÉRENTS POUR OBTENIR UN TITRE INTERMÉDIAIRE DÉTERMINÉ.

NOMBRE DE DEGRÉS EN MOINS DU MÉLANGE A OBTENIR QUE CONTIENT LA CRÈME INFÉRIEURE EN TITRE	NOMBRE DE DEGRÉS EN PLUS DU MÉLANGE A OBTENIR QUE CONTIENT LA CRÈME SUPÉRIEURE EN TITRE											
	1	**1,5**	**2**	**2,5**	**3**	**3,5**	**4**	**4,5**	**5**	**5,5**	**6**	**6,5**
1	50	60	66,6	71,5	75	77,8	80	81,9	83,4	84,7	85,8	86,7
1,5	40	49,5	57	62,5	66,6	70	72,4	74,7	76,5	78,1	79,8	81,2
2	33,3	42,7	49,6	55,5	60	63,3	66,4	68,8	71	73	75	76,3
2,5	28,5	37,5	44,4	49,6	54,3	57,7	61,2	63,9	66,5	68,7	70,2	72,1
3	25	33,3	40	52,2	49,5	53,5	56,8	59,8	62,5	64,3	66,6	68,2
3,5	22,2	30	36,2	41,5	45,9	49,8	53,2	56,2	58,5	61	63	65
4	20	27,1	33,2	38,2	42,6	46,5	49,6	52,6	55,5	57,7	60	61,7
4,5	18,1	24,9	30,6	35,5	39,2	43,7	46,8	49,8	52,5	55	57	58,5
5	16,6	22,9	28,2	33,2	37,5	40,9	44,4	47,2	49,7	52,2	54	55,9
5,5	15,3	21,3	26,6	31,2	35,1	38,8	42	45	47,5	49,8	53	53,9
6	14,2	20	25	29,2	33,3	36,7	40	42,7	45	47,3	49,8	52
6,5	13,3	18,7	23,4	27,7	31,5	35	38	40,5	43	45,6	48	49,9
7	12,5	17,5	22,2	26,2	30	33,2	36	38,7	41,5	44	45,6	48,1
7,5	11,7	16,6	21	25	28,5	31,5	34,4	37,3	40	42	44,4	46,1
8	11,1	15,7	20	23,7	27	30,1	33,2	36	38	40,7	42,6	44,2
8,5	10,5	15	19	22,5	25,8	29	32	34,2	37	39	41,2	42,9
9	10	14,2	18	21,5	24,9	28	30,4	33,3	35,5	37,4	39,6	41,6
9,5	9,5	13,5	17,2	20,7	24	26,6	29,6	32	34	36,3	38,4	40,3
10	9	13	16,6	20	22,8	25,9	28.4	30,6	33	35,2	37,2	39
10,5	8,6	12,4	16	19	22,2	24,8	27,2	29,7	32	34,1	36	37,7
11	8,3	12	15,2	18,5	21,3	23,8	26,4	28,8	31	33	34,8	36,5
11,5	8	11,4	14,8	17,7	20,4	23,1	25,6	27,9	30	32	34,2	35,7
12	7,6	11	14,2	17	19,8	22,4	24,8	27	29	31	33	35,1
12,5	7,4	10,6	13,6	16,5	19,2	21,7	24	26,1	28,5	30.2	32	33.8
13	7,1	10,2	13,2	16	18,6	21	23,2	25,6	27,5	29,7	31,2	33,1
13,5	6,8	9,9	12,3	15,5	18	20,3	22,8	24,7	27	28,6	30.6	32,5
14	6,6	9,6	12,4	15	17,4	20	22	24,3	26	28	30	31,2
14,5	6,4	9,3	12	14,5	17,1	19,2	21,6	23,4	25,5	27,5	28,8	30,5
15	6,2	9	11,6	14,2	16,5	18,9	20,8	23	25	26,4	28,2	30

Les nombres ci-dessus indiquent les poids P de la crème de gradation inférieure à introduire dans 100 kilogrammes de mélange. Les poids P′ de la crème à gradation supérieure s'obtiendront par différence :

$$P' = 100 - P.$$

SUITE DU TABLEAU DES PROPORTIONS DE MÉLANGE DES CRÈMES

NOMBRE DE DEGRÉS EN MOINS DU MÉLANGE A OBTENIR QUE CONTIENT LA CRÈME INFÉRIEURE EN TITRE	NOMBRE DE DEGRÉS EN PLUS DU MÉLANGE A OBTENIR QUE CONTIENT LA CRÈME SUPÉRIEURE EN TITRE													
	7	**7,5**	**8**	**8,5**	**9**	**9,5**	**10**	**10,5**	**11**	**11,5 (a)**	**12**	**12,5**	**13**	**13,5**
1	87,5	88,3	88,9	89,5	90	90,5	91	91,4	91,7	92	92,4	92,6	92,9	93,2
1,5	82	83,2	84	85	85,5	86	86,5	87	87,5	88	88,5	88,7	89	89,5
2	77,7	78,7	80	80,5	81	81,7	83	83,5	84	84,5	85	85,5	86,8	86,5
2,5	73,5	75	76	76,5	77,4	78,8	79,5	80	88,8	81,6	82	82,5	83	83,5
3	70	71,2	72,2	73,2	74,2	75,2	76,2	77,2	78	78,5	79	79,5	80,2	80,8
3,5	66,5	67,5	68,8	70,5	72	73	74	74,5	75	75,9	76,8	77,5	78	78,5
4 (b)	63	64,5	66,4	68	69	70	71	71,5	72,6	73,6	74,4	75	75,4	76,5
4,5	60,2	62,2	64	64,6	66,6	67,4	68	69,3	70,4	71,3	72	72,5	73,3	74,2
5	58,1	59,5	61	62,5	64	65	66	67,2	68,2	69	70	71,2	72	73
5,5	56	57	59,2	60,3	61,2	62,7	64	65	66	67,2	68,4	69,2	70	70,5
6	53,8	55,5	56,8	58	59,4	60,8	62	63	64	65,5	66,5	67,5	68	68,8
6,5	51,8	53,2	54,4	56,1	57,6	58,9	60	61	62,5	63,2	64,8	65,5	66,5	67,5
7	49,8	51,5	52,8	54,4	55,8	57	58	59,5	60,5	62,1	63	64	65	65,5
7,5	47,6	49,5	51,2	52,7	54	55,1	57	58	59,4	60	61,2	62,5	63	63,5
8	46,2	48	49,8	51,5	52,8	54,1	55,5	56,7	57,7	58,6	59,4	60	61	62,1
8,5	44,8	46,5	48	49,7	51,3	52,2	53,8	54,6	56,1	57,5	58,1	58,7	59,8	60,7
9	43,4	45	46,4	48,4	49,9	51,3	52,5	53,5	55	55,7	56,4	57,5	58,5	59,4
9,5	42	43,5	45,6	46,7	48,6	49,9	51	52,5	53,3	54	55,2	56,2	57,2	58
10	40,6	42,7	44	45,9	46,8	48,4	49,7	50,9	51,7	52,9	54	55	56	56,7
10,5	40	41,5	43,2	44,2	45,9	47,5	48,5	50	51	52	52,8	53,7	54,6	55,3
11	38,5	40,5	41,6	43,3	45	46	47	48,3	49,6	50,8	51,6	52,5	53,3	54
11,5	37,8	39	40,4	42,5	43,2	42,6	46	47,2	48,4	49,5	50,5	51,2	52	53,2
12	36,4	38,2	39,8	41,2	42,3	43,7	45	46,2	47,3	48,3	49,8	50,8	51,7	52,6
12,5	3[illegible],7	37,5	38,4	40	41,4	42,7	44	45,1	46,2	47,1	48	49,5	50,7	51,3
13	35	36	37,6	39,1	40,5	41,8	43	44,1	45,1	46	47,2	48,2	49 7	50,7
13,5	33,6	35,2	36,8	38,2	39,6	40,8	42	43	44	45	46	47	48	49,2
14	22,9	34,5	36	37,4	38,7	40	41	42	43,3	44,8	45,6	46	47	48
14,5	32,2	33,7	35,2	36,5	37,8	39	40	41,3	42,5	43,7	44,4	45	46	47
15	31,5	33	34,4	35,7	36,9	38	39	40,8	41,8	42,5	43,2	44	45	46

Les nombres ci-dessus indiquent les poids **P** de la crème de gradation inférieure à introduire dans 100 kilogrammes de mélange. Les poids P′ de la crème à gradation supérieure s'obtiendront par différence :

$$P' = 100 - P.$$

SUITE DU TABLEAU DES PROPORTIONS DE MÉLANGE DES CRÈMES

NOMBRE DE DEGRÉS EN MOINS DU MÉLANGE A OBTENIR QUE CONTIENT LA CRÈME INFÉRIEURE EN TITRE	NOMBRE DE DEGRÉS EN PLUS DU MÉLANGE A OBTENIR QUE CONTIENT LA CRÈME SUPÉRIEURE EN TITRE										
	14	**14,5**	**15**	**15,5**	**16**	**16,5**	**17**	**17,5**	**18**	**18,5**	**19**
1	93,4	93,6	93,8	94	94,2	94,3	94,5	94,6	94,8	94,9	95
1,5	90	90,2	90,5	90,8	91	91,3	91,5	92,8	92	92,3	92,5
2	87	87,3	87,8	88,3	88,5	89,7	88,9	89,2	89,5	90	90,5
2,5	84	84,5	85	85,5	86	86,6	87	87,5	87,8	88	88,2
3	81,2	82	82,7	83,5	83,9	84,2	84,8	85,2	85,5	85,7	86
3,5	79	79,7	80,5	81	81,5	81,7	82	82,4	82,8	83,2	83,6
4	77	77,7	78,5	79	79,5	79,8	80,2	80,6	81	81,4	81,7
4,5	75,5	76	76,5	77	77,3	77,8	78,2	78,7	79,1	79,5	79,8
5	73,5	74	74,5	74,8	75,3	75,9	76,5	77	77,4	77,7	77,9
5,5	71	71,6	72,2	72,8	73,6	74,2	74,8	75,2	75,6	76	76,5
6	70	70,4	70,9	71,3	72	72,5	73	73,5	74	74,5	75
6,5	67	68,1	69	69,7	70,4	71	71,4	71,7	72	72,5	73
7	66	66,7	67,5	68,2	68,8	69,5	70	70,5	71	71,5	72
7,5	64,4	65,2	66	66,6	67,2	67,6	68	69	69,5	70	71
8	63	63,8	64,5	65,4	66,2	67	67,7	68,5	69	69,5	70
8,5	61,6	62,3	63	63,5	64	65	66	67	67,5	68,5	69
9	60,2	60,9	61,8	62,5	63,2	64,3	65	65,7	66,3	67,5	67,6
9,5	59	59,5	60	61	62	62,5	63	63,5	64	65	66
10	57,4	58	59	60	61	62	62,7	63	63,5	64,5	65
10,5	56,1	57,3	58,5	58,9	59,2	59,4	60,2	61,2	62,3	63,5	64
11	55,2	56,5	57,5	58,5	58,6	59	59,8	60,3	61	62,5	63
11,5	54,6	55,1	55,5	56	57,6	58	59	59,5	60	61	62
12	53,2	53,6	54	55	56	57	57,8	58,6	59,2	60,2	61
12,5	51,8	52,2	53,2	54,2	55,1	56,1	57	57,7	58,6	59,2	60
13	51,6	52,7	53,5	54,5	55,4	55	56	57	57,7	58,4	59
13.5	50,4	51,5	52,5	53	53,5	54	55	55,5	56,2	57,3	58
14	49	50	51	51,8	52,8	53,6	54	54,8	55,7	56,5	57
14,5	48	49	50	50,8	51,5	52,2	53	54	54,5	55,3	56
15	47	48	49	49,8	50,5	51,3	52	53,2	53,8	54,3	55

Les nombres ci-dessus indiquent les poids P de la crème de gradation inférieure à introduire dans 100 kilogrammes de mélange. Les poids P′ de la crème à gradation supérieure s'obtiendront par différence :

$$P' = 100 - P.$$

Usage du tableau. — Soit à faire un mélange pour obtenir de la crème à 86° avec une crème à 97°,5 et une à 82°. — Degrés de la crème supérieure en plus du mélange donné :

$$97,5 - 86 = 11,5.$$

Degrés en moins de l'inférieure :

$$86 - 82 = 4.$$

La rencontre des deux colonnes (*a*) et (*b*) se fait sur le nombre 73,6 qui indique le poids de la crème à 82° à employer et

$$P' = 100 - P \quad \text{ou} \quad P' = 100 - 73,6 = 26,4$$

indique le poids de la crème 97,5 à employer.

CHAPITRE III

TRAITEMENT DES RÉSIDUS DE FABRICATION

Nature des substances résiduelles. — Elles sont de trois sortes : les sablons rouges, les boues des rouges et les sablons blancs.

1° *Sablons rouges.* — Ils sont retirés du fond des chaudrons de cuites des rouges après la vidange de l'opération. Ils se composent de tous les détritus organiques et ligneux des tartres et des lies mélangés de sable, de tartrate de chaux et d'une faible quantité de bitartrate de potasse. A leur sortie des chaudrons, ils contiennent 50 0/0 d'eau environ et titrent 6 0/0 à la burette et 5 0/0 d'acide tartrique total au Goldenberg, ce qui correspond à 12 0/0 à la burette et 10 0/0 d'acide total sur le sec.

2° *Boues des rouges.* — Elles proviennent du dépôt qui se trouve au fond des cristallisoirs après avoir siphonné la partie claire de l'eau-mère. Ces boues parcourent de longues dalles de décantation où elles laissent déposer la plus grande partie du bitartrate et du tartrate de chaux qu'elles contiennent. La partie liquide est très visqueuse et serait impropre à être employée pour de nouvelles dissolutions ; c'est pourquoi on retire ces boues de la fabrication. On ne retire que les boues des rouges ; celles des blancs sont envoyées dans les citernes des eaux-mères rouges, et on profite ainsi de l'excès de noir qui n'aurait pas produit son effet de décoloration.

Les boues des rouges titrent 15 à 20 0/00 à la burette et 7 0/00 d'acide tartrique total au Goldenberg. Cette grande différence entre la burette et le Goldenberg provient des acides étrangers, contenus dans les lies, qui sont saturés lors du titrage.

3° *Sablons blancs.* — Ils se recueillent sur le fond des chaudrons à cuites des blancs. On les lave au tamis pour en séparer les cristaux de bitartrate qu'ils renferment et on obtient un résidu granuleux composé de sable, tartrate de chaux et bitartrate fin mélangé de terre de pipe et de noir. Ils contiennent après leur lavage 20 à 30 0/0 d'eau et titrent 6 0/0 à la burette et 30 0/0 d'acidité totale au Goldenberg, c'est-à-dire 8 0/0 à la burette et 40 0/0 d'acide tartrique sur le sec.

Quantité de substances résiduelles. — La quantité de substances résiduelles données par une fabrique de crème est assez variable et dépend de la qualité et de la richesse des matières premières employées. Pour une fabrique traitant des mélanges de tartres et de lies françaises ou italiennes à 47 0/0 de bitartrate, on peut adopter les chiffres suivants, qui se rapportent à une production de 100 kilogrammes de crème à 98° emballée :

Sablons rouges : 120 kg. à 50 0/0 d'eau, 5 0/0 d'acidité totale..........................	10 kg. de tartrate de calcium
Boues des rouges : 500 litres à 70 0/0 d'acidité totale..	6 kg. de tartrate de calcium
Sablons blancs : 16 kg. à 25 0/0 d'eau, 30 0/0 d'acidité totale.	8 kg. de tartrate de calcium
Acidité tartrique convertie en tartrate de calcium	24 kg. = 17^{kg},5 de bitartrate de potassium

Traitement des substances résiduelles. — Le meilleur parti que l'on puisse tirer de ces matières résiduelles varie selon les conditions d'établissement des fabriques de crème. L'établissement le plus rationnel devrait avoir pour annexe une petite installation qui permettrait de transformer le tartrate de chaux retiré des résidus, en acide tartrique cristallisé. Alors tous les résidus, au fur à mesure de leur élimination, seraient passés tels quels à la fabrication de l'acide tartrique.

Mais, si la fabrique de crème ne possède pas cette annexe, on devra se limiter à obtenir du tartrate de chaux le plus pur et le plus sec possible pour le vendre ensuite aux fabricants d'acide tartrique. Dans ce cas, il sera inutile de soumettre les sablons blancs à un traitement quelconque ; il suffira de les laver, puis de les sécher au soleil ou en utilisant les chaleurs perdues des foyers, et on les offrira tels quels au commerce. La teneur en tartrate de chaux (environ 60 0/0) de ces sablons, qui est plus élevée que tout autre matière brute, l'absence des détritus organiques et la décoloration qu'ils ont subie les font rechercher par les fabricants d'acide tartrique.

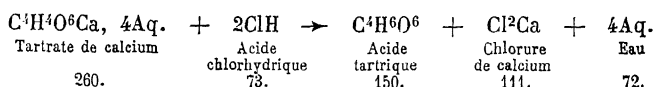
Il est évidemment plus difficile de se débarrasser des sablons rouges. D'abord pour les amener sous une forme marchande, on devrait enlever les 50 0/0 d'eau qui les imprègne, ce qui serait un travail long et coûteux pour obtenir en somme une matière brute de peu de valeur. Ces sablons titrent environ 10 0/0 d'acidité tartrique totale sur le sec ; et il est certain qu'avec les moisissures ou les fermentations qui se produi-

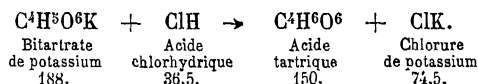
raient durant le séchage, cette teneur descendrait à 6 ou 7 0/0, ce qui constituerait un produit trop pauvre dont se désintéresseraient tous les fabricants.

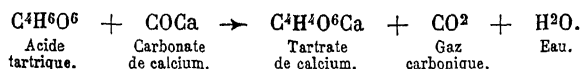
D'autre part, il convient de ne pas oublier que 100 kilogrammes de crème emballée rendent 120 kilogrammes de sablons rouges humides, lesquels contiennent 5 0/0 d'acide tartrique, ce qui correspond à 7 kilogrammes de bitartrate. Abandonner ces sablons serait augmenter par conséquent de 7 0/0 la perte inévitable de fabrication.

Le mode de traitement le plus pratique consiste à transformer tout l'acide tartrique, que contiennent les résidus sous différentes formes, en tartrate de chaux à haut titre.

Ces réduits sont traités à chaud par l'acide chlorhydrique en excès qui transforme le tartrate de calcium en acide tartrique et chlorure de calcium :

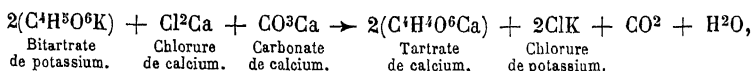
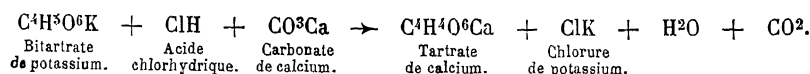
$C^4H^4O^6Ca, 4Aq.$	$+$	$2ClH$	$\rightarrow$	$C^4H^6O^6$	$+$	Cl^2Ca	$+$	$4Aq.$
Tartrate de calcium		Acide chlorhydrique		Acide tartrique		Chlorure de calcium		Eau
260.		73.		150.		111.		72.

L'acide chlorhydrique a, en outre, l'avantage d'augmenter la solubilité de la crème de tartre qui accompagne toujours le tartrate de calcium dans les résidus :

$C^4H^5O^6K$	$+$	ClH	$\rightarrow$	$C^4H^6O^6$	$+$	$ClK.$
Bitartrate de potassium		Acide chlorhydrique		Acide tartrique		Chlorure de potassium
188.		36,5.		150.		74,5.

On filtre à travers un filtre-presse. Le liquide clair est ensuite saturé par la chaux et le carbonate de calcium et on obtient la précipitation du tartrate de calcium :

$C^4H^6O^6$	$+$	$COCa$	$\rightarrow$	$C^4H^4O^6Ca$	$+$	CO^2	$+$	$H^2O.$
Acide tartrique.		Carbonate de calcium.		Tartrate de calcium.		Gaz carbonique.		Eau.

La transformation du bitartrate de potassium en tartrate de calcium par la saturation s'opérerait ainsi :

$2(C^4H^5O^6K)$	$+$	Cl^2Ca	$+$	CO^3Ca	$\rightarrow$	$2(C^4H^4O^6Ca)$	$+$	$2ClK$	$+$	CO^2	$+$	$H^2O,$
Bitartrate de potassium.		Chlorure de calcium.		Carbonate de calcium.		Tartrate de calcium.		Chlorure de potassium.				

ou bien :

$C^4H^5O^6K$	$+$	ClH	$+$	CO^3Ca	$\rightarrow$	$C^4H^4O^6Ca$	$+$	ClK	$+$	H^2O	$+$	$CO^2.$
Bitartrate de potassium.		Acide chlorhydrique.		Carbonate de calcium.		Tartrate de calcium.		Chlorure de potassium.				

Il est indispensable d'employer dans les cuites une proportion d'acide

chlorhydrique suffisante pour fournir toute la quantité nécessaire de chlorure de calcium et éviter la formation du tartrate neutre de potassium qui demeurerait en dissolution et serait rejeté avec les liquides résiduels.

Le tartrate de calcium obtenu est filtré et lavé au filtre-presse ; il est séché, emballé soigneusement, conservé dans un magasin sec et aéré en attendant son expédition.

a) Cuite des résidus. — Elle se fait dans une cuve en bois de 40 hectolitres, doublée de plomb de 6 millimètres, munie d'un agitateur en bois et d'un barboteur de vapeur. On y traite en une opération 1.600 kilogrammes de sablons rouges humides ou 3.000 litres de boue.

Pour cuire les sablons, on met d'abord dans la cuve une hauteur de $0^m,50$ d'eau ou petits jus de lavage, puis l'acide chlorhydrique ; on fait arriver la vapeur, on met l'agitateur en mouvement, et on introduit les sablons par petites portions. Après la charge, on laisse bouillir environ une demi-heure, puis on laisse refroidir jusqu'à 50-60° de température, et on envoie au filtre-presse. L'opération dure environ une heure et demie.

Pour une opération de boues seules, on remplit à moitié la cuve, puis on met l'acide chlorhydrique et on fait arriver la vapeur. On remplit ensuite jusqu'à $0^m,30$ du bord supérieur, on continue le chauffage et l'agitation pendant un quart d'heure, et on filtre. L'opération se fait à 60-70° de température.

La cuve à cuite a pour dimensions :

Diamètre inférieur................	$2^m,100$
— supérieur................	$2^m,000$
Hauteur........................	$1^m,200$
Volume........................	40 hectolitres

L'agitateur est en bois de pitchpin et tourne à une vitesse de 12 tours par minute.

Suivant l'importance de la fabrique de crème et du personnel technique dont elle dispose, on peut travailler empiriquement ou employer dans les cuites des quantités calculées exactement d'acide chlorhydrique, d'après l'analyse des matières à traiter.

Théoriquement la quantité d'acide chlorhydrique sera la suivante :

$$100 \text{ kg. de tartrate de calcium} = \frac{73 \times 100}{260} = 28\text{ClH}$$

ou $28 \times 3 = 84$ d'acide à 21° B.

$$100 \text{ kg. de bitartrate de potassium } \frac{36,5 \times 100}{188} = 20\text{ClH}$$

ou $20 \times 3 = 60$ d'acide à 21° B.

Dans la pratique, on emploie 90 CIH à 21° B. pour 100 de tartrate de calcium correspondant à l'acide tartrique total contenu sous ses diverses formes.

Fig. 32. — Cuve à cuites des résidus.

Supposons une cuite faite avec 1.600 kilogrammes de sablons humides titrant 5 à la burette et 10 0/0 de tartrate de chaux correspondant à l'acide tartrique total d'après Goldenberg.

Si nous admettons que dans ce cas la burette indique le bitartrate de potassium qui a échappé à la dissolution, nous pourrons séparer ainsi deux composés tartriques :

Tartrate de calcium correspondant à l'acide tartrique total....	10 0/0
— — aux 5 0/0 de bitartrate.....	7
Tartrate de calcium réel contenu dans les sablons....	3 0/0

Théoriquement la quantité d'acide ClH à 21° B. à employer dans la cuite devrait être :

Pour le tartrate de calcium réel... $\frac{3 \times 1\,600}{100} \times \frac{84}{100} = 40$ kilogrammes

Pour le bitartrate de potassium.... $\frac{5 \times 1\,600}{100} \times \frac{60}{100} = 48$ —

Acide chlorhydrique pour la cuite.......... 88 kilogrammes

Tandis que pratiquement, en employant 90 kilogrammes de ClH à 21° B. pour 100 de tartrate de calcium correspondant à l'acide tartrique total, nous emploierons :

$$\frac{10 \times 1\,600}{100} \times 0{,}90 = 144 \text{ kilogrammes,}$$

ce qui correspondrait à environ 60 0/0 en plus de la théorie.

Cet excès porte surtout sur le bitartrate de potassium, car le tartrate de chaux n'a guère que 90 — 84 = 6 0/0 d'excès.

En effet 5 kilogrammes de bitartrate de potassium correspondent à 7 kilogrammes environ de tartrate de calcium. Si nous calculons la quantité théorique d'acide d'après la formule qui se rapporte au bitartrate, nous mettrons :

$$\frac{5 \times 48}{100} = 2^{kg},4.$$

Si, au contraire, nous calculons cet acide ClH en le rapportant au tartrate de calcium, nous mettrons :

$$\frac{7 \times 90}{100} = 6^{kg},3,$$

soit environ 2,5 fois la quantité théorique.

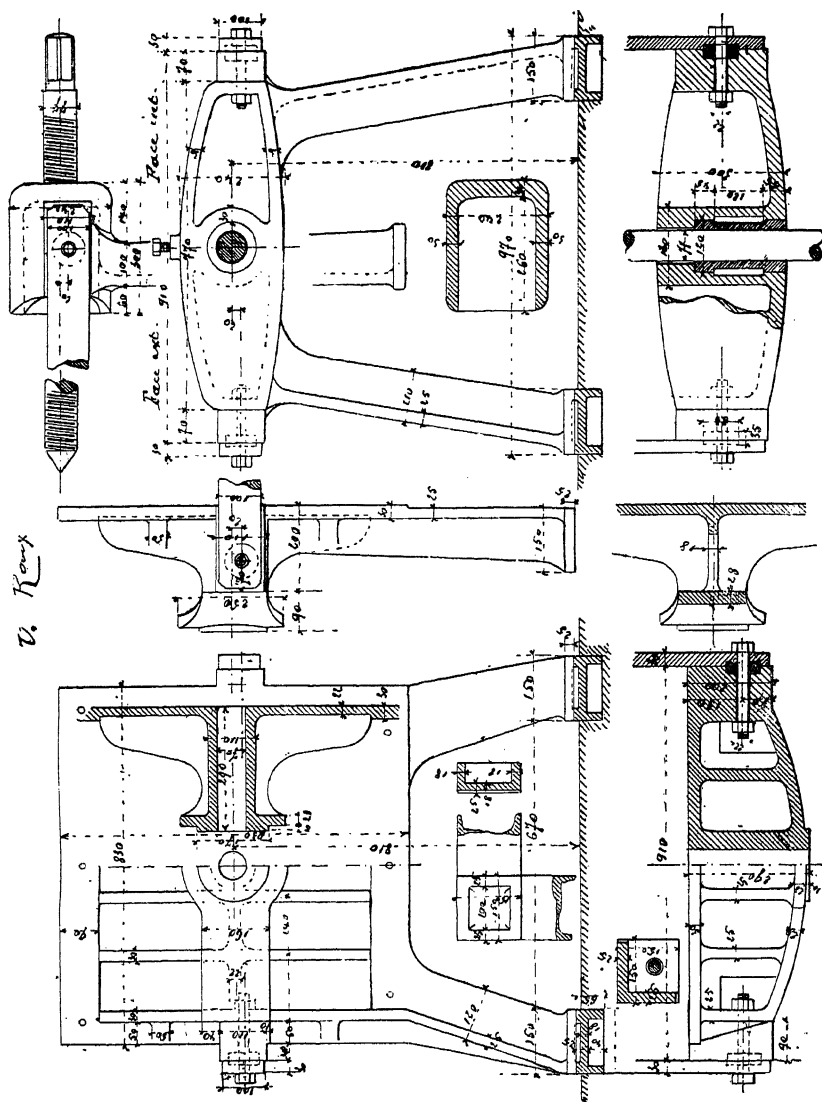
Pourtant cet excès est nécessaire pour donner la certitude qu'au moment de la saturation il se formera une quantité de chlorure de calcium suffisante pour convertir tout le tartrate neutre de potassium en tartrate de calcium. Il est nécessaire aussi pour précipiter un grand nombre d'impuretés qui gêneraient la filtration et le lavage du résidu après son traitement.

Pour la cuite des boues, on se contente de faire la burette. Le titre

trouvé est divisé par 2 pour compenser l'acidité sulfurique et les acides étrangers contenus dans ces boues, et ce résultat est considéré comme bitartrate réel. On note la valeur correspondante en tartrate de calcium.

Fig. 33. — Détails des filtres-presses.

et de même que pour les sablons rouges, on fixe la quantité d'acide ClH à 21° B., à employer en prenant 90 0/0 de cette valeur.

Avec des résidus normaux, on emploie pour les cuites les quantités suivantes d'acide chlorhydrique à 21° B.

Cuite de 1.600 kilogrammes de sablons rouges humides...	150 kg	d'acide ClH
— 2.700 litres de boues........................	35	—
— mélange de boues et sablons..................	80	—

b) Filtration. — Après la cuite des matières résiduelles, on envoie toute la charge refroidie à 50-60° dans un filtre-presse qui sépare la liqueur de son tourteau. Cette filtration peut se faire au moyen d'un monte-jus à air comprimé en tôle doublé de plomb; elle peut se faire aussi par simple différence de niveau, tout dépend de la disposition des lieux.

Autant que possible on placera le fond de la cuve à cuites à une hauteur de 6 à 7 mètres minimum au-dessus du niveau de la valve d'entrée du filtre.

Les filtres-presses employés pour ce travail sont à cadres munis de dispositif de lavage. Les serviettes sont en tissu de poil de chameau qui résiste assez bien aux acides; pour mieux assurer leur conservation, on ne doit pas envoyer le liquide trop chaud, c'est pourquoi on laisse refroidir la charge vers 50-60° avant sa filtration.

Fig. 34. — Plateau filtrant en bois.

La masse arrive dans les chambres formées par les cadres; le liquide traverse les serviettes, ruisselle contre les rainures verticales creusées sur toute la surface des plateaux et s'écoule dans un canal ménagé dans leur traverse inférieure. Ce liquide sort par des robinets en bois qui le déversent dans une nochère en bois doublée de plomb, d'où il se rend dans un réservoir de dépôt pour être ensuite envoyé à la saturation.

Le tourteau est lavé à l'eau chaude à 50-60° de température; on réunit les lavages supérieurs à 2° B. au liquide de premier jet; les lavages inférieurs à 2° sont employés pour diluer l'acide chlorhydrique des cuites et pour servir de premiers lavages. Le tourteau considéré comme épuisé contient encore 0,6 0/0 d'acide tartrique. Ce tourteau contient en outre environ 4 0/0 d'azote, 0,3 d'acide phosphorique et 0,4 de potasse, et il peut être employé comme engrais.

Les filtres les plus pratiques pour ce genre de travail ont vingt-quatre plateaux en bois de $0^m,800 \times 0^m,800 \times 0^m,05$ d'épaisseur et autant de cadres de $0^m,03$ qui forment un volume total de 300 litres. Une filtration avec lavage dure cinq heures et épuise 200 kilogrammes de sablons humides. Pour une production journalière de 1.000 kilogrammes, on

devrait faire six filtrations, ce qui correspondrait à trois filtres-presses de $0^m,800 \times 0^m,800$.

c) *Saturation.* — Elle se fait avec un lait de chaux ou avec du carbonate de calcium en poudre très fine. Avec l'emploi du carbonate de calcium

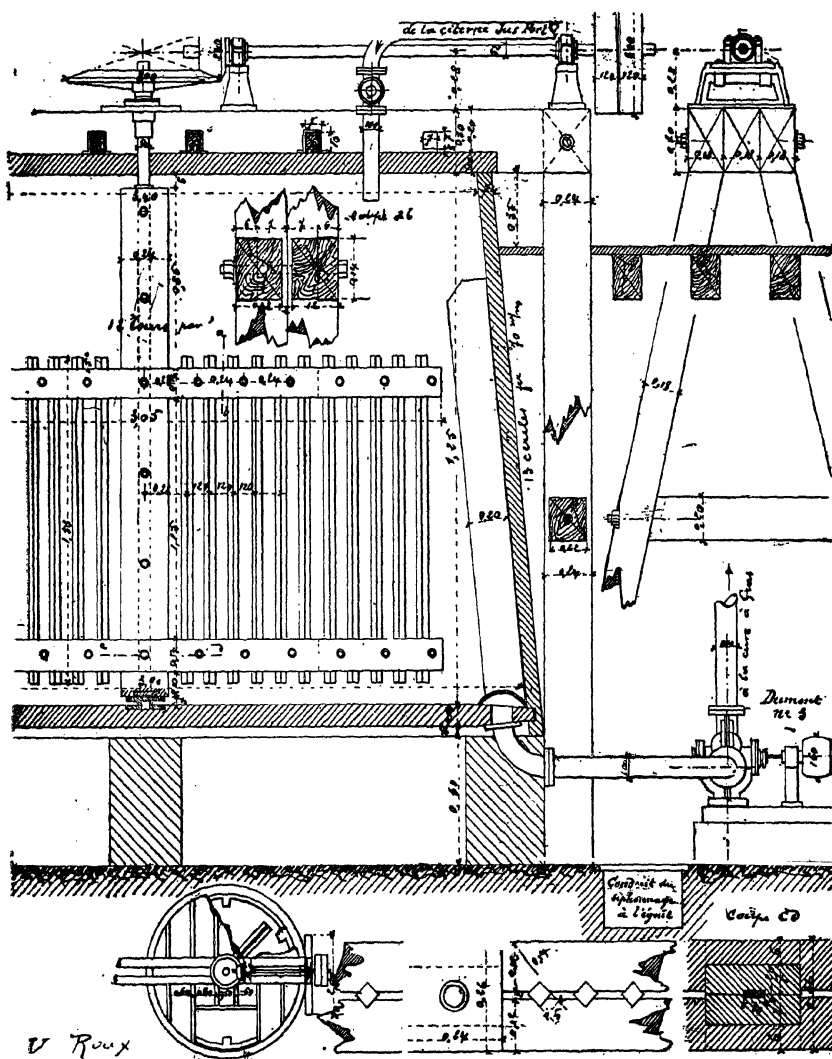



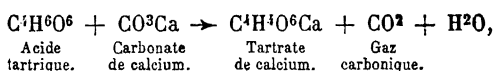
Fig. 35. — Saturateur.

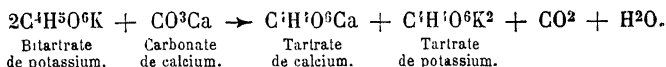
le tartrate obtenu sera plus pur, car l'anhydride carbonique, en se dégageant au cours de l'opération, entretient dans le liquide une acidité suf-

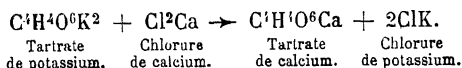
fisante pour tenir en dissolution l'oxyde de fer, l'alumine et autres impuretés qui sont ensuite évacuées avec le liquide résiduel. Ces mêmes impuretés seraient au contraire précipitées avec la chaux, et leur présence dans le tartrate en rendrait le lavage et le séchage très difficiles.

Le liquide à saturer contient de l'acide tartrique libre provenant de la décomposition du tartrate de chaux pendant la cuite. Il contient aussi du chlorure de calcium et l'excès de HCl qui tient le bitartrate dissous.

En y mélangeant du carbonate de chaux on obtiendra d'abord la précipitation de l'acide tartrique libre :

$$\underset{\text{Acide tartrique.}}{C^4H^6O^6} + \underset{\text{Carbonate de calcium.}}{CO^3Ca} \rightarrow \underset{\text{Tartrate de calcium.}}{C^4H^4O^6Ca} + \underset{\text{Gaz carbonique.}}{CO^2} + H^2O,$$

on aura ensuite une double décomposition du bitartrate de potassium qui donne du tartrate de calcium et du tartrate de potassium :

$$\underset{\text{Bitartrate de potassium.}}{2C^4H^5O^6K} + \underset{\text{Carbonate de calcium.}}{CO^3Ca} \rightarrow \underset{\text{Tartrate de calcium.}}{C^4H^4O^6Ca} + \underset{\text{Tartrate de potassium.}}{C^4H^4O^6K^2} + CO^2 + H^2O.$$

Enfin le chlorure de calcium contenu dans le liquide réagit à son tour sur le tartrate neutre de potassium pour le transformer également en tartrate de calcium.

$$\underset{\text{Tartrate de potassium.}}{C^4H^4O^6K^2} + \underset{\text{Chlorure de calcium.}}{Cl^2Ca} \rightarrow \underset{\text{Tartrate de calcium.}}{C^4H^4O^6Ca} + \underset{\text{Chlorure de potassium.}}{2ClK}.$$

La saturation se fait à froid dans une cuve de bois munie d'un agitateur tournant à douze tours par minute. On remplit la cuve en laissant une liberté de $0^m,60$ nécessaire pour éviter le débordement de la mousse que produit le dégagement de l'acide carbonique.

Quand l'agitateur est en marche, on fait tomber peu à peu au moyen d'un petit balai le carbonate de calcium préalablement versé sur la plateforme de la cuve. On reconnaît que la saturation est terminée quand le dégagement du gaz carbonique se ralentit et qu'une prise d'essai ne fait plus d'effervescence par l'addition d'une pincée de carbonate.

Quand la saturation est terminée, on envoie toute la masse à travers un filtre-presse.

d) ***Lavage et séchage du tartrate.*** — Le tartrate est lavé à l'eau froide dans le filtre même ; il est ensuite essoré et séché à la turbine, et finalement placé dans un magasin sec et aéré en attendant sa vente aux fabriques d'acide tartrique.

Un filtre-presse de $0^m,800 \times 0^m,800$ ayant un volume de chambres de 300 litres permet de recueillir et de laver en cinq heures un poids de

300 kilogrammes de tartrate humide, qui correspond à 180 kilogrammes de tartrate sec.

Si la production du tartrate de chaux était d'une certaine importance, on pourrait le sécher dans un petit four continu qui serait constitué par un simple tube tournant chauffé intérieurement au moyen des gaz de combustion d'un petit foyer à coke. Ces gaz peuvent sans inconvénient venir au contact de la matière.

Le séchage du tartrate de chaux peut se faire à 120°-130° de température. Il s'ensuivra certainement une déshydratation partielle du tartrate de chaux qui diminuera son poids, mais cela ne portera aucun préjudice au produit, puisque le résultat de l'analyse au Goldenberg sera plus élevé proportionnellement à la diminution du poids.

Pratiquement on récupère des résidus environ 80 0/0 du tartrate de chaux correspondant à leur acidité tartrique totale. Pour 100 kilogrammes de crème emballée, on comptera environ 15 kilogrammes de tartrate de chaux contenu dans les résidus (excepté les sablons blancs que l'on vend tels quels). On retirera 12 kilogrammes de tartrate pur ou 15 kilogrammes à 80 0/0 de pureté.

Un filtre à tartrate servira à recueillir le tartrate correspondant à une production de 1.000-1.200 kilogrammes de crème emballée par jour.

Traitement empirique à employer dans les petites fabriques. — Le traitement des résidus comme nous venons de le décrire demande à être contrôlé constamment au moyen d'analyses chimiques que ne peuvent pas toujours exécuter les petites fabriques de crème dont le personnel technique est parfois très limité. Ces petites fabriques pourront se contenter du moyen empirique suivant.

Après avoir mis les sablons ou les boues dans la cuve à cuites et porté à l'ébullition, on ajoutera de l'acide sulfurique à 58-60° jusqu'à ce qu'une bande de papier Congo prenne une teinte bleue qui révélera un excès d'acide minéral. On filtrera et on lavera le tourteau, puis on saturera les liquides filtrés. Cette saturation se fera au moyen d'un lait de chaux qu'on ajoutera jusqu'à ce que le papier de tournesol n'indique plus qu'une réaction légèrement acide.

A ce moment la moitié de l'acide tartrique du bitartrate de potasse sera en dissolution dans le liquide à l'état de tartrate neutre de potasse.

Pour transformer ce tartrate neutre de potasse en tartrate de chaux, on versera une solution de chlorure de calcium jusqu'à ce qu'un échantillon du liquide filtré ne donne plus de précipité en y ajoutant quelques gouttes de ce réactif.

Ce mode de traitement empirique est très suffisant ; il permet de retirer tout le tartrate des sels tartriques contenus dans les résidus. Il est

seulement un peu plus coûteux, car le chlorure de calcium que l'on emploie est d'un prix plus élevé que celui qui se forme dans les liquides par la saturation de l'excès d'acide chlorhydrique employé primitivement dans la cuve à cuites.

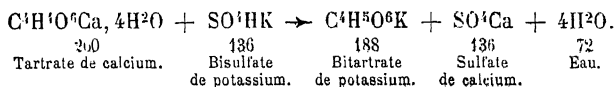
On devra porter toute son attention sur le point exact de la saturation. La chaux sera mise par petites portions et non d'une façon continue, et on agitera constamment. Au fur et à mesure que s'approche le terme de la saturation, le liquide change d'apparence ; il devient laiteux, puis jaune verdâtre. A ce moment on examine l'acidité au moyen d'une bande de papier tournesol et on arrête l'opération quand le papier prend une teinte violette. Si par hasard on avait dépassé le point de saturation, c'est-à-dire si le papier demeurait coloré en bleu, on ajouterait une quantité convenable de liquide acide jusqu'à ce que la teinte exacte soit ramenée.

Le lavage du tartrate sera fait soigneusement à l'eau froide plutôt abondante, afin de le débarrasser de tout le chlorure de calcium qui l'imprègne, car ce corps étant très hygroscopique rendrait le séchage difficile.

Théoriquement, on devrait employer après la saturation à la chaux une quantité de 30 kilogrammes de chlorure de calcium pour 100 kilogrammes de bitartrate contenu dans le liquide primitif.

Traitement par le bisulfate de potassium. — Le tartrate de chaux traité par un sel de potassium se transforme en bitartrate de potassium :

$$C^4H^4O^6Ca, 4H^2O + SO^4HK \rightarrow C^4H^5O^6K + SO^4Ca + 4H^2O.$$

260	136	188	136	72
Tartrate de calcium.	Bisulfate de potassium.	Bitartrate de potassium.	Sulfate de calcium.	Eau.

Théoriquement, pour transformer 100 de tartrate de calcium, on devra employer :

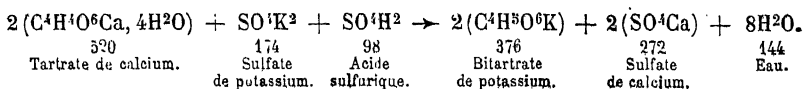
Bisulfate de potassium pur.......... $\frac{136 \times 100}{260} = 52,30$

et on obtiendra :

Bitartrate de potassium. .... $\frac{188 \times 100}{260} = 72,30$

On peut remplacer le bisulfate de potassium par ses éléments constituants : acide sulfurique et sulfate de potassium :

$$2(C^4H^4O^6Ca, 4H^2O) + SO^4K^2 + SO^4H^2 \rightarrow 2(C^4H^5O^6K) + 2(SO^4Ca) + 8H^2O.$$

520	174	98	376	272	144
Tartrate de calcium.	Sulfate de potassium.	Acide sulfurique.	Bitartrate de potassium.	Sulfate de calcium.	Eau.

Théoriquement, pour transformer 100 de tartrate de chaux, on devra employer :

Sulfate neutre de potassium pur...... $\frac{174 \times 100}{520} = 33,4$

Acide sulfurique pur................. $\frac{98 \times 100}{520} = 18,9$

Ce moyen a été proposé depuis longtemps pour transformer en bitartrate de potasse le tartrate de chaux contenu dans les matières premières et supprimer complètement la production des sablons résiduels.

On détermine par l'analyse de la matière son contenu exact en bitartrate de potasse et en tartrate de chaux ; on fait généralement une casserole pour le bitartrate et un Goldenberg pour l'acidité totale et on rapporte les deux résultats en tartrate de chaux. Par différence on obtient le tartrate de chaux réel à transformer en bitartrate.

Cette transformation se fait directement dans les cuites des rouges sans rien changer à la marche habituelle de l'opération. On verse l'acide sulfurique sitôt après avoir mis la matière; dix minutes après, on ajoute le sulfate de potasse et on laisse bouillir ensuite pendant une demi-heure pour laisser s'effectuer la réaction. Celle-ci n'est jamais complète, malgré un excès de réactif que l'on recommande de 20 0/0 comme minimum et qui doit aller, dans certains cas, jusqu'à 80 0/0.

En opérant sur des lies mixtes contenant 28,40 0/0 de bitartrate de potasse et 17,20 0/0 de tartrate de chaux, le Dr Carles, qui recommande pourtant ce traitement, a transformé seulement 68 0/0 du tartrate de chaux en employant un excès de 50 0/0 de réactif. Pour une transformation de 90 0/0, il a dû employer un excès de réactif de 80 0/0 (Carles, *Dérivés tartriques du vin*, p. 58 et 59).

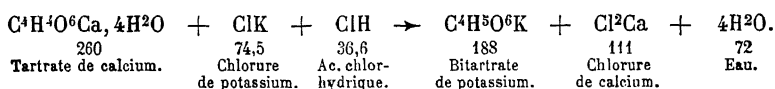
Ces résultats ont été obtenus au laboratoire en opérant sur 100 grammes de lies et 1.000 centimètres cubes d'eau pure, et il est évident que, pratiquement, en se servant des eaux-mères et en employant une proportion plus grande du liquide, comme on le fait habituellement dans les cuites des rouges, l'excès de réactif à employer devrait être bien plus élevé pour obtenir les mêmes résultats qu'au laboratoire.

Il s'ensuivrait que les liquides qui renfermeraient une quantité d'acide sulfurique libre correspondant à cet excès de réactif tiendraient en dissolution une grande proportion de bitartrate qui échapperait ainsi à la cristallisation.

Enfin, il est un inconvénient plus grave encore qui résulte du sulfate de chaux formé par la réaction du bisulfate de potasse. Ce sulfate de chaux, en précipitant, vient former sur le fond des chaudrons des cuites des incrustations ténues très adhérentes que l'on enlève difficilement même en se servant de la piquette. Ces incrustations constituent un

danger permanent pour le fond des chaudières et causent des coups de feu qui les mettent rapidement hors d'usage. C'est pourquoi, malgré tout ce qu'on a écrit sur ce sujet, la grande industrie a abandonné depuis longtemps la transformation du tartrate de chaux par le bisulfate de potasse et se contente de traiter ses résidus pour en retirer le tartrate de chaux à haut titre.

On peut éviter les incrustations de sulfate de calcium en remplaçant le bisulfate de potassium par le chlorure de potassium et l'acide chlorhydrique. Le tartrate de calcium est également transformé en bitartrate de potassium, mais la chaux reste en solution à l'état de chlorure de calcium :

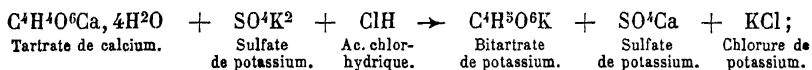
$C^4H^4O^6Ca, 4H^2O$	+	ClK	+	ClH	→	$C^4H^5O^6K$	+	Cl^2Ca	+	$4H^2O$.
260		74,5		36,6		188		111		72
Tartrate de calcium.		Chlorure de potassium.		Ac. chlorhydrique.		Bitartrate de potassium.		Chlorure de calcium.		Eau.

Théoriquement, pour 100 de tartrate de calcium, on devra employer :

Chlorure de potassium pur..... $\frac{74,5 \times 100}{260} = 28,7$

Acide chlorhydrique à 21° B.... $3 \times \left(\frac{36,5 \times 100}{260}\right) = 42,1$

Mais ce moyen n'est pas exempt d'inconvénients. D'abord l'acide chlorhydrique à chaud attaque fortement les chaudrons de cuivre, ensuite le chlorure de calcium qui s'accumule dans les eaux-mères gêne leur cristallisation et les rend bientôt impropres à resservir pour de nouvelles opérations.

On a essayé aussi d'un moyen intermédiaire qui consiste à employer le sulfate neutre de potassium avec l'acide chlorhydrique :

$C^4H^4O^6Ca, 4H^2O$	+	SO^4K^2	+	ClH	→	$C^4H^5O^6K$	+	SO^4Ca	+	KCl;
Tartrate de calcium.		Sulfate de potassium.		Ac. chlorhydrique.		Bitartrate de potassium.		Sulfate de potassium.		Chlorure de potassium.

mais il n'offre guère d'avantages et a pour inconvénient de consommer inutilement une partie de la potasse qui demeure dans les eaux-mères.

Les objections que nous venons de signaler ne doivent pourtant pas faire considérer le traitement par le bisulfate comme impraticable. Seulement nous prétendons qu'il ne peut convenir pour le procédé de Saint-Thibéry. Avec des appareils spéciaux tels que ceux que nous décrivons dans le procédé mécanique de fabrication de la crème, ce traitement, même sans excès de réactif, donne des résultats complets.

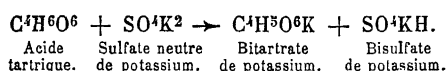
Mais, dans le procédé de Saint-Thibéry, il est plus pratique et préférable de traiter les résidus dans les cuves à cuites au moyen des acides chlorhydrique et sulfurique et d'en retirer tout l'acide tartrique à l'état de tartrate de chaux.

Traitement à froid par les sels de potasse. — Si pourtant on désirait supprimer complètement le tartrate de chaux comme sous-produit de la fabrication de la crème, il conviendrait mieux d'employer un des moyens suivants que nous avons appliqués en Espagne et qui nous ont donné d'excellents résultats.

Les résidus sont traités dans la cuve à cuite par l'acide sulfurique et ensuite filtrés pour en séparer les insolubles, comme nous l'avons dit à la page 112. Mais la liqueur tartrique, au lieu d'être saturée par la chaux pour en précipiter le tartrate de chaux, est saturée par la potasse et on en retire du bitartrate de potasse. Cette saturation se fait à froid ; on peut employer la potasse sous diverses formes : sulfates, chlorure ou carbonate.

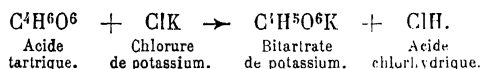
En traitant *à froid* la liqueur tartrique par le sulfate de potasse, on obtient un précipité de bitartrate de potasse en cristaux très menus, de couleur rosée, titrant 96-98° de pureté :

$$C^4H^6O^6 + SO^4K^2 \rightarrow C^4H^5O^6K + SO^4KH.$$

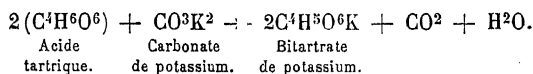
Acide tartrique.	Sulfate neutre de potassium.	Bitartrate de potassium.	Bisulfate de potassium.

L'eau-mère qui contient du bisulfate de potassium en dissolution est reportée dans les cuites de rouges où elle transforme une quantité correspondante de tartrate de calcium en bitartrate de potassium.

En employant le chlorure de potassium, on obtient le même résultat :

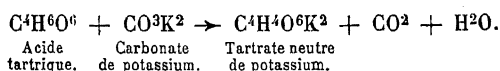
$$C^4H^6O^6 + ClK \rightarrow C^4H^5O^6K + ClH.$$

Acide tartrique.	Chlorure de potassium.	Bitartrate de potassium.	Acide chlorhydrique.

Enfin avec le carbonate de potassium on aura :

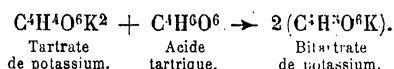
$$2(C^4H^6O^6) + CO^3K^2 \rightarrow 2C^4H^5O^6K + CO^2 + H^2O.$$

Acide tartrique.	Carbonate de potassium.	Bitartrate de potassium.

Dans ce dernier cas, on divisera la liqueur à traiter en deux parties égales. Une de ces parties sera saturée avec le carbonate de potasse jusqu'à réaction neutre au papier tournesol, ce qui transformera l'acide tartrique en tartrate neutre de potassium :

$$C^4H^6O^6 + CO^3K^2 \rightarrow C^4H^4O^6K^2 + CO^2 + H^2O.$$

Acide tartrique.	Carbonate de potassium.	Tartrate neutre de potassium.

En ajoutant la moitié du volume initial de la liqueur tartrique qui avait été séparée, on obtient la saturation exacte qui correspond à la formation de la totalité du bitartrate.

$$C^4H^4O^6K^2 + C^4H^6O^6 \rightarrow 2(C^4H^5O^6K).$$

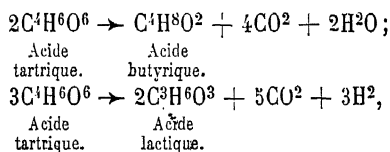
Tartrate de potassium.	Acide tartrique.	Bitartrate de potassium.

CHAPITRE IV

FERMENTATIONS

On doit apporter des soins tout particuliers dans la fabrication de la crème de tartre pour éviter ou limiter le plus possible les fermentations qui détruisent rapidement le bitartrate de potasse ou le tartrate de chaux en les transformant en matières sans valeur.

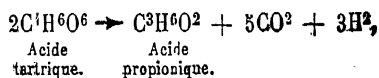
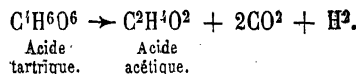
Cette fermentation appelée butyrique est produite par un bacille qui vit et se développe à l'abri du contact de l'air, et transforme l'acide tartrique en acide butyrique ou lactique :

$$\underset{\text{Acide tartrique.}}{2C^4H^6O^6} \rightarrow \underset{\text{Acide butyrique.}}{C^4H^8O^2} + 4CO^2 + 2H^2O\,;$$

$$\underset{\text{Acide tartrique.}}{3C^4H^6O^6} \rightarrow \underset{\text{Acide lactique.}}{2C^3H^6O^3} + 5CO^2 + 3H^2,$$

et les sels tartriques en propionates produits par l'acide propionique, qui est un homologue inférieur de l'acide butyrique :

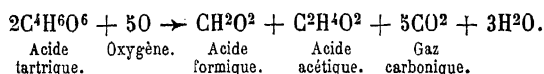
$$\underset{\text{Acide tartrique.}}{2C^4H^6O^6} \rightarrow \underset{\text{Acide propionique.}}{C^3H^6O^2} + 5CO^2 + 3H^2,$$

ou même en acétates :

$$\underset{\text{Acide tartrique.}}{C^4H^6O^6} \rightarrow \underset{\text{Acide acétique.}}{C^2H^4O^2} + 2CO^2 + H^2.$$

La fermentation propionique est activée par la présence des matières organiques, des phosphates, magnésie, etc. La température la plus favorable se trouve comprise entre 30 et 40°. Cette fermentation prend naissance dans l'eau-mère des cristallisoirs vers le cinquième ou sixième jour de repos, et son action destructive s'étend rapidement sur le bitartrate cristallisé qu'elle détruit en le transformant en propionate de potasse.

L'effet de cette fermentation peut être diminué par l'emploi des acides minéraux qui l'entravent, même à la dose de 1/2 0/0. Pour cette raison, il conviendra de maintenir constamment dans les eaux-mères une quantité de 3 à 5 grammes par litre d'acide sulfurique libre.

Souvent aussi il se forme au-dessus du liquide des cristallisoirs des plaques de moisissures qui s'étendent peu à peu et arrivent bientôt à recouvrir toute la surface du liquide. Les spores de ces moisissures vivent dans les milieux très acides pourvu que cette acidité ne soit pas due à un acide minéral fort. Elles consomment de grandes quantités d'oxygène et agissent comme agents de combustion complète en transformant l'acide tartrique en acides formique et acétique :

$$\underset{\text{Acide tartrique.}}{2C^4H^6O^6} + \underset{\text{Oxygène.}}{5O} \rightarrow \underset{\text{Acide formique.}}{CH^2O^2} + \underset{\text{Acide acétique.}}{C^2H^4O^2} + \underset{\text{Gaz carbonique.}}{5CO^2} + 3H^2O.$$

Ces moisissures se développent dans un milieu contenant de l'acide phosphorique, potasse, magnésie, etc. La silice, le fer, la chaux favorisent beaucoup leur développement.

On doit enlever au moyen d'une écumoire ces moisissures dès leur apparition, car leur présence dans un liquide contenant des spores de bactéries accélère le développement de celles-ci.

Pour prévenir ou diminuer dans la mesure du possible ces fermentations qui deviennent parfois désastreuses, on doit observer la plus minutieuse et la plus parfaite propreté dans tous les locaux de cristallisation. Le sol de ces locaux sera soigneusement cimenté et on ménagera des pentes convenables qui seront dirigées vers les rigoles de siphonnage des eaux-mères pour enlever rapidement les épanchements des liquides. On fera d'abondants lavages à l'eau; et, à l'époque des chaleurs, le sol, les rigoles et les citernes devront être fréquemment arrosés avec une dissolution de bisulfite de soude ou de potasse.

Enfin on prendra le plus de précautions possible pour conserver la croûte cristalline qui se forme sur la surface du liquide en cristallisation. Cette croûte forme une couche isolante de l'air propre à empêcher la formation des moisissures.

On prendra les mêmes précautions dans l'atelier de préparation du tartrate de chaux. La saturation se fera de préférence au moyen du carbonate de chaux, et le tartrate, soigneusement lavé et débarrassé des matières végétales, sera séché le plus rapidement et le plus complètement possible et mis en dépôt dans un local sec et aéré.

CHAPITRE V

COMPTES DE FABRICATION

Inventaire du bitartrate en cours de fabrication. — L'inventaire du bitartrate en cours de fabrication doit se faire chaque mois; il détermine le coefficient des pertes de fabrication et sert à établir le compte général du prix de revient.

Le coefficient du pour 100 des pertes qui résulte de l'inventaire mensuel ne doit être considéré que comme une indication approximative. On prendra comme valeur exacte la moyenne qui résultera d'une période de fabrication d'au moins six mois et mieux un an, et encore convient-il, pour obtenir une exactitude plus rigoureuse, que les stocks en cours de fabrication du commencement et de la fin de la période considérée soient sensiblement les mêmes.

Pour dresser l'inventaire, on recherche soigneusement tous les produits tartriques qui peuvent se rencontrer en cours de traitement, sans tenir compte de l'état plus ou moins avancé dans lequel ils se trouvent. On note exactement les poids des matières solides et les volumes des liquides, et on prélève des échantillons bien exacts que l'on analyse soigneusement au Goldenberg, en exprimant le résultat en bitartrate de potasse.

On établit ainsi la quantité de bitartrate total en roulement que l'on met sous la forme indiquée à la page suivante.

Dans une fabrication normale, la quantité de bitartrate en roulement est sensiblement égale à 60 0/0 de la production mensuelle de crème emballée.

Le tableau suivant se rapporte à une fabrique de crème d'une production mensuelle de 75 tonnes.

On simplifie le relevé des notes d'inventaire en prélevant pendant les quatre ou cinq jours qui précèdent la date fixée une quantité déterminée du liquide des cuites au moment de leur coulage dans les cristallisoirs. On constitue ainsi un échantillon commun des opérations journalières en séparant les opérations des rouges de celles des blancs. Il sera ainsi facile de savoir à quel échantillon se rapporteront les cristallisoirs plus ou

moins refroidis qui seront pleins le jour de l'inventaire et on en calculera le contenu en bitartrate total d'après le volume des cristallisoirs et le résultat au Goldenberg de l'échantillon prélevé au moment du coulage.

STOCK DE BITARTRATE EN COURS DE FABRICATION

MOIS D'AVRIL 19...

1° *Cristallisoirs des rouges :*

77 cristallisoirs, volume total 620.200^{lit} à 41,6 bitartrate par 0/00........ Bit. : 25.800^{kg}

2° *Cristallisoirs des blancs :*

31 cristallisoirs, volume total 24.900^{lit}. à 62,3 bitartrate par 0/00........ Bit. : 15.512

3° *Cristaux rouges :*

3 190^{kg} à 9,5 0/0 d'eau = 2.897^{kg} secs à 91,5 0/0.... Bit. : 2.550

Fins 620^{kg} à 16 0/0 d'eau = 520 ^{kg} secs à 87,2 0/0.. Bit. : 453

4° *Eaux-mères des citernes :*

40.000^{lit} à 10,5 0/0........ Bit. : 420

5° *Sablons :*

Blancs 324^{kg} humides à 33,5 0/0........ Bit. : 108

Rouges 2.725^{kg} — à 6,5 .... Bit. : 177

6° *Boues :*

13.800^{lit} à 100 /00........ Bit. : 138

BITARTRATE EN ROULEMENT........ 45.158^{kg}

Pertes de fabrication. — Le compte des pertes de fabrication peut s'établir de diverses façons, suivant que la fabrique de crème possède ou non une installation annexe pour fabriquer l'acide tartrique, et même suivant la nature des matières premières habituellement employées.

Certaines fabriques ne font état, dans leurs comptes, que du bitartrate cristallisé qui a servi de base à leurs achats en lui appliquant le prix réellement payé d'après l'analyse à la casserole. Elles négligent ainsi le tartrate de chaux qui accompagne toujours le bitartrate dans les matieres brutes, malgré qu'ils en retrouvent une partie dans les résidus, ce qui diminue le coefficient des pertes.

D'autres fabriques, tenant compte du tartrate de chaux contenu dans les matières premières, calculent les pertes en bitartrate de potasse, ce qui vient augmenter la quantité achetée d'après la casserole et diminuer proportionnellement le prix unitaire du bitartrate réellement payé. Cette façon de procéder donne, pour une perte égale, un coefficient plus élevé, mais elle est plus exacte.

Évidemment le résultat final de ces comptes, qu'ils soient faits d'une façon ou d'une autre, ne change pas, puisque dans le premier cas la perte étant moindre en apparence, le prix unitaire du bitartrate est proportionnellement plus élevé que dans le second. Il n'y a cependant que le coefficient qui change, et il n'est pas rare que deux fabriques, de conditions identiques, dont la perte totale de bitartrate est égale, accusent l'une 6 0/0 et l'autre 9 0/0 de perte de fabrication, tout en se trouvant dans des conditions économiques absolument semblables.

Nous estimons que la façon la plus rationnelle pour établir le compte des pertes est de compter comme mise en fabrication l'acidité tartrique totale rapportée en bitartrate de potasse, et de retrancher de la perte brute le bitartrate de potasse correspondant au tartrate de chaux récupéré des résidus.

Nous donnons ci-dessous le compte des pertes correspondant à l'inventaire bitartrate de la page 120.

COMPTE DES PERTES DE FABRICATION
DU MOIS D'AVRIL 19...

Bitartrate d'après inventaire au 31 mars 19		46.290kg
Passé en fabrication du 1er au 30 avril, matières : 197.110kg...		93.802
		140.09.kg
Crème sortie de fabrication du 1er au 30 avril.		78.355
STOCK PAR DIFFÉRENCE...............		61.737kg
Stock d'après inventaire au 30 avril..........................		45.158
DIFFÉRENCE.........................		16.579
A déduire :		
Tartrate produit, 12.140kg à 45,6 AT............	Bit. 6 936kg	9.683
Sablons blancs, 6.726 à 32,6 AT............	Bit. 2.747	
BITARTRATE PERDU		6.896kg
Crème sortie de fabrication	78.355	
Diminutions de stock, 46.290 — 45.158..............	1.132	
CRÈME FABRIQUÉE	77.223	

Soit pour 100 de crème fabriquée : $\frac{6896 \times 100}{77223}$ 8,9 0/0

Lorsque l'installation comprend une fabrique d'acide tartrique parallèle à celle de la crème, on doit déterminer exactement la perte pour chacune de ces fabrications. Ceci est indispensable pour se rendre compte du bon fonctionnement des deux industries et pour mettre en évidence le

point vers lequel doit se porter plus spécialement l'attention du fabricant.

Cette détermination doit résulter strictement des comptes d'inventaire et du mouvement exact des matières résiduelles de la crème soigneusement analysées qui, dans le courant du mois, sont envoyées à la fabrication de l'acide. Il serait même plus exact, si l'installation le permettait, d'obtenir séparément le tartrate de chaux provenant des résidus de la crème pour en décharger la fabrication de la crème et en charger celle de l'acide tartrique.

Certains fabricants appliquent une valeur fixe et constante comme perte de fabrication à la crème et portent le reste du déficit comme entré à l'état de résidu dans la fabrication de l'acide tartrique.

Ils déduisent d'abord de la mise en fabrication totale de la crème la quantité de tartrate de chaux contenu dans les matières premières et la chargent comme sablons rouges passés à la fabrication de l'acide tartrique. Puis, du déficit de bitartrate d'après inventaire, ils retranchent le 5 0/0 du bitartrate mis en fabrication, ce qui représenterait la perte de la fabrication de la crème, et le reste du déficit est ajouté au tartrate de chaux ou sablons des matières premières, et considéré comme s'il avait été entièrement passé à la fabrication de l'acide tartrique comme liquide résiduel.

Voici un exemple du compte dressé par ces fabricants :

MOIS DE FÉVRIER 19...		COMPTE EN BITARTRATE		COMPTE EN TARTRATE DE CHAUX
Lies et tartres mis en fabrication : 277.209^{kg}..		»	»	164.963
dont sablons rouges		»	»	16.022
		107.700	»	148.941
Stock inventaire 31 janvier	61.092			
— — 28 février	58.590			
Diminution de stock	2.502	86.628	3.460	119.799
Sorti de fabrication	89.130		123.259	
DÉFICIT		21.072	»	29.142
Perte 5 0/0 sur 107.700^{kg} de bitartrate mis en fabrication		5.385	»	7.447
Liquides passés à l'acide tartrique		15.687	»	21.695
			Sablons	16.022
PASSAGE TOTAL A L'ACIDE TARTRIQUE				37.717

La perte affectée à la crème serait de :

$$\frac{5385 \times 100}{89130} = 6 \text{ kilogrammes}$$

pour 100 kilogrammes de crème emballée. Le passage à l'acide par les boues et liquides correspondrait à :

$$\frac{\times 100}{89130} = 17,5 \text{ 0/0 de crème emballée.}$$

Ce système de calcul constitue évidemment une erreur, car, en considérant comme invariable le coefficient de 5 0/0 pour la crème, on fait supporter à la seule fabrication de l'acide tartrique toutes les oscillations qui peuvent résulter d'une marche plus ou moins normale, ou de circonstances fortuites qui peuvent se produire tant dans une fabrication que dans l'autre. Il n'est pas rare d'ailleurs de rencontrer dans les fabriques qui comptent ainsi des pertes de fabrication de l'acide tartrique s'élevant jusqu'à 30 0/0.

Il est donc plus rationnel de compter les pertes complètes en tenant un compte exact des matières dosées, matériellement introduites et sorties de la fabrication, ce qui aidera à rechercher les causes d'une perte anormale qui peut se produire accidentellement dans l'une ou l'autre des fabrications.

Le coefficient des pertes varie selon le titre en bitartrate de la mise en fabrication. En travaillant des mélanges à 50 0/0 de bitartrate déduit du contenu en acidité totale des matières premières, et en prenant tous les soins nécessaires pour éviter les fermentations et obtenir le meilleur rendement des résidus, on doit compter sur une perte d'environ 8 0/0 de crème emballée.

En appelant M le titre de mise en fabrication et P la perte :

$$M \times P = 400.$$

Avec une mise en fabrication de 47 0/0, on aura environ :

$$\frac{400}{47} = 8,5 \text{ 0/0 de perte,}$$

et avec 40 0/0 :

$$\frac{400}{40} = 10 \text{ 0/0 de perte}$$

sur la crème emballée.

Ces chiffres sont des moyennes.

Rendement en crème emballée. — En nous reportant au tableau de la page 121, nous voyons que, pour une mise en fabrication de 93.802 kilogrammes de bitartrate correspondant à l'acidité tartrique totale des matières premières employées, nous avons obtenu :

Crème à 98° emballée..........................	77.223kg
Bitartrate correspondant aux 12.140 kilogrammes de tartrate à 79 0/0 de pureté ou 45,6 0/0 d'acide tartrique..................................	9.683
Bitartrate correspondant aux 6.726 kilogrammes de sablons blancs à 32,6 0/0 d'acide tartrique..	
Bitartrate perdu..............................	6.896
Bitartrate mis en fabrication............	93.802kg

En rapportant ces valeurs pour 100 kilogrammes de crème emballée, nous obtenons :

Crème emballée................................	100kg,00
Bitartrate correspondant au tartrate de chaux retiré des résidus..................................	9 00
Bitartrate correspondant aux sablons blancs.......	3 57
Perte..	8 93
Bitartrate mis en fabrication.............	121kg,50

Ces valeurs peuvent être considérées comme des moyennes pour le midi de la France et diverses régions de l'Italie.

Donc, pour 100 kilogrammes de crème emballée, on devra mettre en fabrication 121kg,50 de bitartrate, ce qui correspond à un rendement de crème emballée de

$$100 \times \frac{100}{121,50} = 82\ 0/0.$$

Des 21kg,50 d'excédent mis en fabrication, 12kg,57 seront récupérés des résidus sous forme de tartrate de chaux et 8kg,93 seront perdus en cours de fabrication.

Consommation des agents de fabrication. — La plus grande dépense d'agents de fabrication est occasionnée par le combustible. Dans les fabriques du midi de la France, on compte, avec des chaudrons de 90 hectolitres, une consommation de charbon, qualité Bessèges, de :

175 kilogrammes pour une cuite aux rouges,
210 — — — aux blancs.

En comptant $2\frac{1}{4}$ opérations aux rouges pour une opération aux

blancs qui rend 350 kilogrammes de crème emballée, on consomme pratiquement :

2 cuites $\frac{1}{4}$ aux rouges à 175	394kg
1 cuite aux blancs	210
	604kg

Pour 100 kilogrammes de crème emballée :

Cuites : $\frac{604 \times 100}{350}$	172kg
Force motrice	58
	230kg

Quelques industriels peuvent compter une consommation de 190 à 200 kilogrammes de charbon par 100 kilogrammes de crème fabriquée, parce qu'ils emploient une certaine proportion de cristaux rouges achetés sur les marchés pour les raffiner directement ; mais ils doivent alors compter le prix des matières mises en fabrication à un taux plus élevé.

La quantité de terre de pipe employée dépend beaucoup de sa qualité. Avec les terres françaises du Gard et de l'Hérault, on consomme tant pour la cuite que pour l'enduit des cristallisoirs 120 à 130 kilogrammes par opération des blancs de 80 hectolitres.

Avec l'emploi de la terre Vicenza, cette quantité est diminuée de moitié.

Enfin, dans une opération de blancs, on consomme 12 à 15 kilogrammes de bon noir en pâte, bien lavé, et 3 à 4 kilogrammes d'acide sulfurique à 66°.

CHAPITRE VI

LES MÉTAUX DANS LA CRÈME DE TARTRE

Prescription de la pharmacopée britannique. — La pharmacopée britannique est très sévère en ce qui concerne la contamination métallique des crêmes. Voici comment elle s'exprime à ce sujet :

« *Bitartrate de potassium.* — Synonymes : bitartrate de potasse, crème de tartre purifiée, tartrate acide de potassium.

« On obtient le bitartrate de potassium de $(CHOH)^2$ COOHCOOK de la crème de tartre brute déposée pendant la fermentation du moût et des lies de vins.

« *Qualités et preuves.* — C'est une poudre blanche, granuleuse (ou des croûtes cristallines), d'une saveur acide, insoluble dans l'alcool, mais soluble dans 200 parties d'eau. Ce sel produit les réactions caractéristiques du potassium et des tartrates. Chaque gramme de sel sec devrait exiger au moins $5^{cm^3},2$ d'une solution normale de soude. Il ne devrait donner aucune des réactions caractéristiques du plomb, cuivre et fer, et de très légères seulement pour le calcium, magnésium, sodium et chlorures. Le total des impuretés ne devrait pas dépasser $2\frac{1}{2}$ 0/0 du sel sec. »

Dans la pratique, la pharmacopée paraît se désintéresser du calcium et des sulfates, de même que du chiffre $2\frac{1}{2}$ 0/0 d'impuretés, car il est évident que les crèmes portées à 90° et même jusqu'à 80° de pureté au moyen du sulfate de chaux ne se conforment guère à ces prescriptions.

Mais, sous le rapport des métaux, elle est inflexible, tant pour la crème que pour les acides citrique et tartrique.

Dans l'édition de la pharmacopée de 1885, on trouve que « l'hydrogène sulfuré ne doit pas exercer d'influence sur une solution de ces acides ».

L'édition de 1898 dit qu'il ne doit se produire aucune réaction caractéristique avec les réactifs du cuivre et du fer, et, pour constater l'absence du plomb, elle prescrit de dissoudre 10 grammes de matière dans 20 cen-

timètres cubes d'eau, neutraliser avec une solution d'ammoniaque et porter le volume à 100 centimètres cubes avec eau; ce liquide ne doit pas s'obscurcir après cinq minutes.

Mais, ainsi que le fit observer Sir David Howard, dans cette solution neutre les traces de fer apparaissaient comme du plomb ; c'est pourquoi dans les éditions postérieures, on substitua à la parole « neutraliser » celles de « presque neutraliser ».

Dans une note publiée par le *Chemist and Druggist* (4 juin 1898), Warington dit qu'en examinant les acides non neutralisés avec une solution d'hydrogène sulfuré, on peut découvrir 0,0005 0/0 de plomb dans l'acide tartrique et 0,0002 0/0 dans l'acide citrique, pendant que dans une solution alcaline on peut en découvrir 0,00001 0/0; mais il reconnaît que le dernier procédé était suffisamment exact parce qu'il représentait un degré de pureté extrêmement difficile à obtenir dans l'industrie. Les meilleurs échantillons examinés contenaient 10 à 30 parties de plomb par million ou 0,0010 à 0,0030 0/0 et la plus faible quantité qui a été reconnue comme nocive dans un procès est de 0,01 0/0 ou 100 parties pour un million.

Umney proposa la méthode suivante pour découvrir la quantité minimum nocive de plomb dans la crème de tartre.

Un gramme de crème de tartre dissous dans 5 centimètres cubes de solution ammoniacale à 10 0/0 et ajoutant 5 centimètres cubes de solution saturée d'hydrogène sulfuré ne doit présenter qu'une coloration légèrement jaune.

Le mélange se fait dans un tube à essai et on observe la coloration du liquide en plaçant le tube sur une feuille de papier blanc.

Pour obtenir seulement le plomb, on applique en Angleterre la méthode suivante :

On dissout 10 grammes de crème de tartre dans 30 centimètres cubes d'eau distillée. On ajoute 10 centimètres cubes de solution ammoniacale à 10 0/0 et on complète avec de l'eau à 50 centimètres cubes. On additionne de 1 centimètre cube de cyanure de potassium, afin d'éviter une formation postérieure de sulfure de cuivre et de fer ; on chauffe pour faire disparaître la coloration jaunâtre que peut produire le cyanure, et on met une goutte de solution à 10 0/0 de sulfure de sodium. Dans ce cas, ni le cuivre ni le fer ne donneront réaction ; le plomb seul sera transformé en sulfure de plomb et donnera une coloration obscure que l'on observera à l'aide d'un tube de Nessler employé pour le dosage colorimétrique de l'ammoniaque. Pour que la coloration se révèle le mieux possible, la solution devra être franchement alcaline.

On peut se servir de la coloration obtenue pour en déduire la quantité correspondante de plomb.

Pour cela, on met 50 centimètres cubes d'eau dans un verre semblable à celui qui a servi pour l'essai de l'échantillon ; on ajoute une goutte de sulfure de sodium à 10 0/0, on verse goutte à goutte au moyen d'une burette une solution d'acétate de plomb jusqu'à ce qu'on obtienne une teinte égale à celle de l'échantillon. On calcule la quantité de plomb contenu suivant le nombre de centimètres cubes employés.

La liqueur d'acétate de plomb est préparée de manière à correspondre à 0gr,1 de plomb par litre : 1 centimètre cube égale 0,0001. L'examen du bitartrate étant fait sur 10 grammes, chaque centimètre cube de liqueur employée représentera 0gr,00001 de plomb, et chaque dixième de centimètre cube égale 0gr,000001 ou 1 partie de plomb pour 1 million de matière.

L'emploi du sulfure de sodium est préférable à l'hydrogène sulfuré et au sulfhydrate d'ammoniaque, parce qu'il ne trouble ni ne colore la solution en l'absence de métal.

La pharmacopée britannique n'admet pas au delà de 0,0025 0/0 ou 25 parties pour 1 million la dose de plomb dans les crèmes (approximativement $\frac{1}{6}$ de grain dans 1 livre). L'arsenic ne peut dépasser 0,0003 à 0,0006 0/0 ou 3 à 6 parties par million.

Élimination des métaux. — Suivant la méthode de fabrication employée, on peut rencontrer dans les crèmes des proportions variables de plomb, de cuivre ou de fer.

Avec le procédé simple de Saint-Thibéry, on trouvera surtout du cuivre mélangé à une faible proportion de fer. Le cuivre provient du contact prolongé des liquides avec les parois des chaudrons bouilleurs et des cristallisoirs. Le fer se trouve toujours dans les lies ; en plus grande quantité dans les lies espagnoles que dans les lies italiennes et françaises.

Si on fait la transformation du tartrate de chaux en bitartrate de potasse au moyen du sulfate de potasse et de l'acide sulfurique, on aura dans la crème une plus grande quantité de cuivre qui proviendra de l'attaque des chaudrons bouilleurs pendant l'ébullition de la liqueur acide avant que la réaction ne soit complétée. L'acide sulfurique amènera aussi des quantités non indifférentes de fer et de plomb. Enfin, si on prépare la crème de tartre, comme on le fait généralement en Allemagne, en saturant par la potasse les eaux-mères impures de la fabrication de l'acide tartrique, on aura surtout du plomb dans le produit.

On emploie divers moyens pour éviter la contamination métallique des crèmes. Tous sont basés sur l'action de l'acide sulfhydrique qui précipite le plomb et le cuivre à l'état de sulfures insolubles. Certaines

fabriques font barboter le gaz H^2S directement dans les cristallisoirs des blancs et séparent par lavage le dépôt très ténu du sulfure formé d'avec les cristaux. Mais ce moyen n'est pas sans inconvénient et donne souvent des cristaux colorés.

D'autres emploient un sulfure alcalin pour arriver au même résultat, et le traitement de la solution se fait dans une cuve indépendante avant sa vidange dans les cristallisoirs. Le sulfure de potassium a l'inconvénient de produire dans la liqueur la formation d'une quantité correspondante de tartrate neutre de potasse, et pour cette raison il est préférable d'employer le sulfure de baryum. Celui-ci, en présence de l'acide sulfurique libre, qui se trouve toujours dans la proportion de 3 à 5 0/00 dans les liquides des blancs, se transforme en H^2S et en sulfate de baryte insoluble.

On dissout le sulfure de baryum dans l'eau, en se servant d'une cuve chauffée par barboteur de vapeur. On laisse déposer les impuretés et on siphonne la partie claire qui est ensuite envoyée au moyen d'un monte-jus dans un vase distributeur qui communique avec une grande cuve de bois, plombée intérieurement, qui sert pour le traitement des liquides provenant des cuites des blancs.

La cuve de traitement au sulfure a un volume qui correspond à deux cuites des blancs. Elle porte un barboteur de vapeur pour agiter la masse et aussi un entonnoir continué par un tuyau qui descend sur le fond de la cuve où il prend la forme d'un fer à cheval. Ce fer à cheval est persillé de trous. La solution de sulfure est versée dans l'entonnoir et le gaz H^2S qui se dégage sort par les trous du fer à cheval et barbote dans le liquide.

Les deux charges des blancs venant des chaudrons bouilleurs sont envoyées dans la cuve à sulfure au moyen d'un monte-jus de cuivre chauffé à la vapeur ; on verse dans l'entonnoir la dissolution de sulfure venant du distributeur. On maintient pendant tout le traitement une température voisine de l'ébullition, mais sans l'atteindre, et on suit la marche de l'opération par de fréquentes prises d'essai. Lorsque le liquide ne contient plus de métaux en dissolution, on coule la charge au moyen d'un robinet de grand diamètre placé à $0^m,30$ au-dessus du fond. Le précipité reste au fond de la cuve. Le liquide clair passe dans un petit récipient communiquant avec un canal en bois qui conduit le liquide dans les cristallisoirs. Ce récipient est muni d'un barboteur de vapeur.

Si le liquide qui sort de la cuve à sulfure est complètement incolore, il ne fait que traverser ce récipient pour se rendre dans le canal qui le conduit aux cristallisoirs. Si, au contraire, le liquide contient du précipité en suspension, on fait arriver dans le récipient, pendant le passage

du liquide, un petit filet de terre de pipe qui est brassé avec le liquide, ce qui produira une clarification dans le cristallisoir.

Enfin, pour éviter au liquide le contact des parois métalliques des cristallisoirs, on passe au moyen d'un balai une couche de terre de pipe sur le cuivre même, puis on tapisse par-dessus avec du papier d'emballage que l'on recouvre ensuite d'un autre badigeon de terre de pipe.

En prenant les précautions voulues, on arrive par ce moyen à produire de la crème satisfaisant les exigences de la pharmacopée britannique.

Recherche et détermination des métaux. — Pour effectuer la recherche des métaux contenus dans la crème de tartre, on incinère un poids déterminé de l'échantillon à examiner jusqu'à destruction complète de la matière organique. On ajoute aux cendres quelques gouttes d'acide nitrique pur pour solubiliser les métaux, on dilue avec de l'eau distillée et on neutralise exactement avec de l'ammoniaque.

Plomb. — En ajoutant quelques gouttes d'acide chlorhydrique, on précipitera le plomb, s'il en existe en grande quantité dans l'échantillon examiné.

S'il ne se forme aucun précipité, on soumet cette liqueur acide à un traitement convenable d'hydrogène sulfuré à chaud. On recueille le précipité qui se forme sur un filtre. Une partie de ce précipité est traitée à chaud dans un tube à essai, par le sulfhydrate d'ammoniaque. Si ce précipité demeure insoluble, on doit exclure la présence des bases du deuxième groupe. On lave le reste du précipité conservé sur le filtre jusqu'à disparition de l'acide chlorhydrique qui l'imprègne, on le traite par l'acide nitrique de concentration moyenne, on ajoute quelques gouttes d'acide sulfurique et on évapore à siccité ; le résidu de cette évaporation est traité par de l'eau acidulée avec de l'acide sulfurique. S'il existe du plomb, même en très faible quantité, il se trouvera mélangé au résidu à l'état de sulfate de plomb. On fera donc dissoudre le précipité dans du tartrate d'ammonium et on ajoutera quelques gouttes de chromate de potasse. S'il existe du plomb, on obtiendra un précipité jaune très caractéristique.

Cuivre. — Dans le liquide acide de la solution nitrique antérieure, avant son évaporation, on recherche le cuivre. Une partie du liquide traitée par l'ammoniaque en excès donnera une coloration bleu céleste si elle contient du cuivre. En traitant une autre partie du liquide par un courant d'acide sulfhydrique, la présence du cuivre sera aussi affirmée par la formation d'un précipité soluble dans le cyanure de potassium.

Fer et alumine. — Sur la liqueur acide du premier traitement par l'hydrogène sulfuré que l'on a séparée de son précipité, on recherche les autres radicaux métalliques pouvant exister dans la crème.

On ajoute un excès d'ammoniaque et un peu de chlorure d'ammonium, puis du sulfure ammonique en léger excès. On laisse digérer quelque temps et on fitre. Le précipité est lavé avec un peu d'eau saturée d'acide sulfhydrique pour éviter l'oxydation des sulfures et leur transformation en sulfate soluble qui serait entraîné par les eaux de lavage.

On conserve le liquide séparé du précipité et les eaux de lavage pour rechercher les bases des autres groupes que le produit pourrait contenir, et on dissout le précipité sur le filtre même avec de l'acide chlorhydrique diluë contenant 1 partie d'acide à 22° et 10 parties d'eau.

Au liquide chlorhydrique on ajoute quelques gouttes d'acide nitrique et on porte à l'ébullition pour oxyder le fer et le faire passer de sel ferreux à ferrique et pour expulser l'acide sulfhydrique qui gêne l'investigation. Ce liquide est neutralisé en partie par le carbonate de soude et on termine la saturation avec la soude caustique en léger excès. On porte à l'ébullition dans une capsule de porcelaine. S'il se forme un précipité, on le sépare par filtration.

Le liquide alcalin filtré est traité par le chlorure ammonique jusqu'à ce qu'il dégage une forte odeur d'ammoniaque; et on chauffe. S'il se forme un précipité blanc, gélatineux, il ne peut provenir que de la présence de l'alumine, car seulement l'alumine et le zinc prennent cette forme en opérant ainsi.

Le précipité obtenu par la soude à l'ébullition est mis dans un tube d'essai, dissous dans quelques gouttes d'acide chlorhydrique, puis dilué avec de l'eau. On ajoute du sulfocyanure de potassium : si on se trouve en présence du fer, le liquide prendra la coloration rouge sang caractéristique.

CHAPITRE VII

LABORATOIRE

Titrage des crèmes [1]. — Pour déterminer le titre d'une crème, on fait un essai acidimétrique au moyen d'une liqueur titrée de soude caustique. La liqueur sodique est réglée de telle sorte que 100 centimètres cubes de liqueur saturent exactement 3 grammes de bitartrate de potassium chimiquement pur.

On pèse 3 grammes de crème à analyser que l'on met dans une capsule de porcelaine avec 60 à 80 centimètres cubes d'eau, on ajoute une goutte de phénolphtaléine, on porte à l'ébullition et, au moyen d'une burette, on verse lentement la liqueur de soude jusqu'à virage rose. Le nombre de centimètres cubes employés donne le titre de la crème ou son pour 100 de pureté.

L'indicateur se prépare en dissolvant à froid 1 gramme de phénolphtaléine dans 30 centimètres cubes d'alcool à 95°.

La liqueur de soude devant être telle que 100 centimètres cubes de liqueur saturent 3 grammes ou $1^{cm^3} = 0{,}03$ de crème pure, et sachant que le poids atomique du bitartrate de potassium $C^4H^5O^6K = 188$ et celui de la soude caustique $HONa = 40$, nous devrons avoir pour chaque centimètre cube de liqueur :

$$\frac{0{,}03 \times 40}{188} = 0^{g}{,}0064 \text{ de soude HONa}$$

ou $6^{gr}{,}4$ par litre de liqueur. On met 8 grammes de soude par litre d'eau et on ramène ensuite au titre exact.

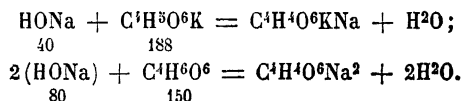
La crème pure qui doit servir pour contrôler la liqueur se prépare au laboratoire en faisant dissoudre 50 grammes de crème industrielle à 98°-99° dans 1 litre d'eau distillée. On fait bouillir, puis on ajoute 10 à 15 centimètres cubes de CHI pur et on laisse reposer et cristalliser. Les cristaux sont jetés sur un entonnoir et lavés à l'eau distillée jusqu'à disparition de trace de chlorure. On sèche à l'étuve, puis on écrase les

[1] On peut utiliser l'iodométrie, déjà décrite à l'analyse des matières tartreuses.

cristaux au mortier et on remet le produit à l'étuve pour enlever toute l'humidité. Cette crème est pure ; on la conserve dans un flacon hermétiquement fermé.

La liqueur sodique étant titrée avec le bitrartrate de potassium, on devra, si on s'en sert pour titrer l'acide tartrique, diviser le résultat par 2, puisque :

$$\underset{40}{HONa} + \underset{188}{C^4H^5O^6K} = C^4H^4O^6KNa + H^2O;$$

$$\underset{80}{2(HONa)} + \underset{150}{C^4H^6O^6} = C^4H^4O^6Na^2 + 2H^2O.$$

Souvent, au lieu de ramener la liqueur titrée de manière que 100 centimètres cubes saturent exactement 3 grammes de crème pure, on se contente de fixer la relation existant entre le nombre de centimètres cubes de liqueur réellement employée pour saturer les 3 grammes de crème et on multiplie le résultat des analyses par le coefficient qui en résulte.

Ainsi, supposons qu'en vérifiant la liqueur avec la crème pure on emploie 32 eentimètres cubes de liqueur pour saturer 1 gramme de crème, ce qui correspondrait à 96 centimètres cubes pour 3 grammes au lieu de 100.

On devra donc, en se servant de cette liqueur, multiplier les résultats par :

$$\frac{100}{96} = 1,042,$$

si on opère sur 3 grammes de crème à analyser, ou

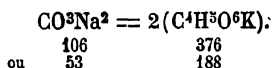
$$\frac{300}{96} = 3,125,$$

si on opère sur 1 gramme de crème à analyser.

Ces coefficients sont appelés le *titre de la liqueur.*

Liqueur de carbonate de sodium. — Pour tous les essais acidimétriques que l'on est obligé de faire dans les contrôles de fabrication, on se sert généralement d'une liqueur de carbonate de sodium.

On la prépare de façon que 10 centimètres cubes de cette liqueur saturent 2 grammes de crème pure ou $1^{cm^3} = 0^{gr},2$:

$$\underset{\substack{106 \\ \text{ou } 53}}{CO^3Na^2} = \underset{\substack{376 \\ 188}}{2(C^4H^5O^6K)}.$$

La quantité de carbonate de sodium à employer sera :

Pour 1 centimètre cube de liqueur :

$$\frac{0,2 \times 53}{188} = 0^{g},05638\,;$$

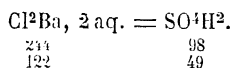
Pour 1 litre :

$$0,05638 \times 1.000 = 56^{g},38.$$

On met 60 grammes de carbonate de sodium dans 1 litre d'eau et on vérifie; 50 centimètres cubes de cette liqueur devront correspondre à 10 grammes de crème pure. En opérant sur 5 grammes de matière, on multipliera par 2 le nombre de centimètres cubes employés pour avoir le contenu de bitartrate de potassium pour 100.

Dans les titrages avec la liqueur de carbonate de sodium, on devra prolonger l'ébullition pour être certain que tout l'anhydride carbonique est expulsé. S'il en était autrement, les résultats seraient majorés, puisque l'anhydride carbonique rougit le tournesol.

Liqueur de chlorure de baryum. — On s'en sert pour la détermination de l'acide sulfurique contenu dans les eaux-mères :

$$\underset{\substack{244\\122}}{Cl^2Ba,\ 2\,aq.} = \underset{\substack{98\\49}}{SO^4H^2}.$$

La liqueur est au 1/10 normale, c'est-à-dire qu'elle contient $12^{gr},2$ de $BaCl^2$ par litre, et chaque centimètre cube correspond à $0^{gr},0049$ ou sensiblement $0^{gr},005$ d'acide sulfurique.

Acidité totale par la méthode alcaline ou Goldenberg ancien. — Cette méthode, appelée Goldenberg ancien, servait autrefois pour les transactions commerciales ; mais on a reconnu que les matières colorantes, pectiques et autres, soumises à l'ébullition en présence d'un excès d'alcali, forment diverses combinaisons qui absorbent, lors du titrage, une certaine quantité de soude et donnent pour un même échantillon des résultats de 1 1/2 à 2 0/0 plus élevés dans la méthode alcaline que dans celle acide. C'est pourquoi cette dernière a été exclusivement acceptée par le commerce des matières tartreuses, qui s'en sert dans la forme que nous avons décrite au chapitre V (p. 48 à 51).

Pourtant, pour tous les essais de contrôle dans les fabriques de crème de tartre ou d'acide tartrique, on préfère souvent se servir de la méthode alcaline, à cause de sa simplicité et surtout parce qu'on obtient des résultats bien plus rapides qu'avec la méthode acide. C'est pourquoi nous croyons utile de donner la description de cette méthode alcaline, ou Goldenberg ancien.

On met 9 grammes de matière dans un ballon jaugé de 303 centimètres cubes, puis 6 grammes de carbonate de potasse pur et sec et 50 centimètres cubes d'eau. On agite et porte à l'ébullition que l'on maintient dix à quinze minutes. Tout l'acide tartrique s'est transformé en tartrate neutre de potasse. On laisse refroidir, on complète avec de l'eau jusqu'au trait de jauge, c'est-à-dire à 303 centimètres cubes, on agite fortement et filtre sur papier sec dans un ballon sec. On prélève 50 centimètres cubes du liquide filtré (représentant 1gr,5 de matière) que l'on met dans une capsule en porcelaine et on concentre au bain-marie jusqu'à consistance sirupeuse, soit 3 à 5 centimètres cubes.

On laisse refroidir, puis on ajoute 2 centimètres cubes d'acide acétique cristallisable, et on agite fortement ; le tartrate neutre se transforme en bitartrate de potasse.

L'acide acétique doit être en excès pour qu'il puisse transformer en même temps l'excès du carbonate de potasse en acétate.

Après repos de quinze à vingt minutes, on ajoute dans la capsule 70 à 80 centimètres cubes d'alcool à 95° au moins. On agite et on laisse en repos vingt-cinq à trente minutes pour bien laisser déposer le bitartrate.

Tout le contenu de la capsule est alors jeté sur un filtre sans pli. On lave la capsule à l'alcool et on verse aussi sur le filtre, puis on lave le précipité à l'alcool sur le filtre même jusqu'à ce que le liquide de lavage ne donne plus de réaction acide avec le papier tournesol.

On laisse bien égoutter, on remet le filtre et le précipité dans la capsule avec 60 à 80 centimètres cubes d'eau et on dose à l'ébullition avec une liqueur titrée de soude. Si on emploie comme liqueur celle qui sert à titrer la crème de tartre et dont 100 centimètres cubes saturent 3 grammes de crème, le nombre de centimètres cubes de liqueur employée, multiplié par 2, donnera l'acidité tartrique totale exprimée en bitartrate de potassium.

En multipliant le résultat par 0,8, on aura cette acidité exprimée en acide tartrique. Si on désirait l'avoir en tartrate de chaux, on multiplierait le résultat par 1,38.

Le tableau suivant donne les valeurs relatives de l'acidité sous la forme désirée.

RÉSULTATS DU GOLDENBERG ANCIEN EN OPÉRANT SUR 9 GRAMMES DE MATIÈRE ET DOSANT AVEC LIQUEUR NaOH DONT 100^{cm3} = 3 GRAMMES DE CRÈME PURE

Liqueur employée pour dosage	Tartrate de calcium	Bitartrate de potassium	Acide tartrique	Liqueur employée pour dosage	Tartrate de calcium	Bitartrate de potassium	Acide tartrique
1 cm³	2,76	2,00	1,59	26 cm³	71,91	52,00	41,48
1,5	4,15	3,00	2,39	26,5	73,30	53,00	42,28
2	5,53	4,00	3,19	27	74.68	54,00	43,08
2,5	6,91	5,00	3,99	27,5	76,06	55,00	43,88
3	8.30	6,00	4,79	28	77,44	56,00	44,68
3,5	9,70	7,00	5,58	28,5	78,82	57,00	45,47
4	11,06	8,00	6,38	29	80,21	58,00	46,27
4,5	12,45	9,00	7,18	29,5	81,60	59,00	47,07
5	13,83	10,00	7,98	30	82,97	60,00	47,87
5,5	15,21	11,00	8,77	30,5	84,35	61,00	48,66
6	16,60	12.00	9,57	31	85,74	62,00	49,46
6,5	17,98	13,00	10,37	31,5	87,12	63,00	50,26
7	19,36	14,00	11,17	32	88,50	64,00	51,06
7,5	20,74	15,00	11,97	32,5	89,89	65,00	51,86
8	22,12	16,00	12,76	33	91,28	66,00	52,65
8,5	23,60	17,00	13,56	33,5	92,67	67,00	53,45
9	24,90	18,00	14,36	34	94,04	68,00	24,25
9,5	26,27	19,00	15,16	34,5	95,42	69,00	55,05
10	27,66	20,00	15,96	35	96,80	70,00	55,85
10,5	29,04	21,00	16,75	35,5	98,18	71,00	56,64
11	30.42	22,00	17,55	36	99,58	72,00	57,44
11,5	31,81	23,00	18,35	36,5	100,95	73,00	58,24
12	33,19	24,00	19,15	37	102,33	74,00	59,04
12,5	34,57	25,00	19,94	37,5	103,72	75,00	59,83
13	35,95	26,00	20,74	38	105,10	76,00	60,63
13,5	37,34	27,00	21,54	38,5	106,48	77,00	61,43
14	38,72	28,00	22,34	39	107,87	78,00	62,23
14,5	40,10	29,00	23,14	39,5	109,25	79,00	63,03
15	41,49	30,00	23,93	40	110,63	80,00	63,82
15,5	42,87	31,00	24,73	40,5	112,01	81,00	64,62
16	44,25	32,00	25,53	41	113,40	82,00	65,42
16,5	45,63	33,00	26,33	41,5	114,78	83,00	66,22
17	47,02	34.00	27,12	42	116,16	84,00	67,01
17,5	48,40	35,00	27,92	42,5	117,55	85,00	67,81
18	49,78	36,00	28,72	43	118.93	86,00	68,61
18,5	51,17	37,00	29,51	43,5	120,31	87,00	69,41
19	52,55	38,00	30,32	44	121,69	88,00	70,21
19,5	53,93	39,00	31,11	44,5	123,08	89,00	71,00
20	55,32	40,00	31,91	45	124,46	90,00	71,80
20,5	56,70	41,00	32,71	45,5	125,84	91,00	72,60
21	58,08	42,00	33,51	46	127,23	92,00	73,40
21,5	59,46	43,00	34,30	46,5	128,61	93,00	74,19
22	60,85	44,00	35,10	47	129,99	94,00	74,99
22,5	62,23	45,00	35,90	47,5	131,37	95,00	75,79
23	63.61	46,00	36,70	48	132,76	96,00	76,59
23,5	65,00	47,00	37,50	48,5	134,14	97,00	77.39
24	66,38	48,00	38,30	49	135,52	98,00	78,18
24,5	67,76	49,00	39,09	49,5	136,91	99,00	78,98
25	69,14	50,00	39,89	50	138,29	100,00	79,78
25,5	70,53	51,00	40,69				

Analyses contrôles de fabrication. — *a) Sablons rouges et blancs.* — On fait la burette en opérant sur 20 grammes de matière. On titre avec la liqueur de carbonate de soude dont $100^{cm^3} = 20$ grammes de crème pure, ou $1^{cm^3} = 0,2$. Le nombre de centimètres cubes employés donnera le titre acidimétrique correspondant au bitartrate.

Pour déterminer l'acide tartrique total, on fait le Goldenberg ancien en opérant sur 18 grammes de matières et conduisant l'analyse comme nous l'avons décrit au paragraphe précédent. Mais, ici, le nombre de centimètres cubes de liqueur de soude à $100^{cm^3} = 3$ grammes de crème pure que l'on aura employée indiquera directement le pour 100 d'acidité tartrique totale exprimée en bitartrate de potasse.

b) Boues. — On fait la burette et le Goldenberg. Pour la burette, on opère sur 100 centimètres cubes de boue ; le résultat multiplié par 2 donnera la quantité de bitartrate par litre correspondant à cette acidité.

Pour le Goldenberg, on prendra 90 centimètres cubes de boue et on procédera comme déjà dit. Le nombre de centimètres cubes de liqueur employée, multiplié par 2, donnera l'acidité totale exprimée en bitartrate qui est contenue dans 1 litre de boue.

c) Eaux-mères. — On fait la burette, le Goldenberg, et souvent la détermination de l'acide sulfurique.

La burette se fait sur 100 centimètres cubes de liquide et le Goldenberg sur 90 centimètres cubes comme pour les boues.

Pour l'acide sulfurique, on opère sur 100 centimètres cubes de liquide, on porte à l'ébullition et on ajoute de la liqueur 1/10 normale de chlorure de baryum, $1^{cm^3} = 0,0049$ ou $1^{cm^3} = 0^{gr},005$, jusqu'à ce qu'une prise d'échantillon filtrée dans un tube d'essai et additionnée de quelques gouttes de liqueur $BaCl^2$ ne donne plus de précipité.

En divisant le nombre de centimètres cubes de $BaCl^2$ employés par 20, on obtiendra la quantité d'acide sulfurique contenu dans 1 litre d'eau-mère. Mais dans les eaux-mères il existe toujours du sulfate de chaux, qui exige de la liqueur de $BaCl^2$. Pour compenser cette quantité, on déduit 1 par litre de la quantité trouvée, et le reste indiquera l'acide sulfurique libre qui est contenu dans les eaux-mères.

CHAPITRE VIII

CRITIQUE DU PROCÉDÉ DE SAINT-THIBÉRY

Le procédé de Saint-Thibéry, qui est appliqué dans le plus grand nombre de fabriques de crème de tartre, est à peu de chose près le vieux procédé qui prit naissance chez le vigneron pour tirer plus avantageusement parti de ses résidus vinaires. Primitivement on faisait dissoudre les tartres dans une grande marmite et on se servait de tonneaux pour cristalliser.

Plus tard des vignerons de Saint-Thibéry donnaient un caractère industriel à cette exploitation et installaient de grandes chaudières de cuivre montées sur fourneau en maçonnerie, et le type actuel de chaudière à dissolution était ainsi créé.

Les fabricants de Saint-Thibéry laissaient cristalliser le bitartrate dans la chaudière même après avoir fait la solution et la décoloration ; ils obtenaient ainsi de gros cristaux. Ce n'est que plus tard, quand la vente de la crème a pu se faire à l'état de poudre impalpable, et par conséquent que l'apparence des cristaux obtenus dans la fabrication devenait d'un moindre intérêt, qu'on s'est servi des cristallisoirs indépendants. Ceci a permis de réserver les chaudières à dissolution pour le seul travail des cuites et de diminuer considérablement les dépenses d'installation des fabriques de crème.

Voilà, en somme, la seule variante du procédé de Saint-Thibéry. Des usines importantes se sont installées qui ont multiplié le nombre d'appareils suivant la production visée ; mais, sauf l'application des vis lavantes et des monte-jus pour enlever les boues du fond des cristallisoirs, aucun perfectionnement notable n'a été apporté au procédé primitif.

Et pourtant trois points essentiels auraient dû attirer depuis longtemps l'attention des industriels : les frais de main-d'œuvre, la dépense de combustible et les pertes de fabrication.

Les frais de main-d'œuvre sont considérables ; toutes les opérations se font à main d'homme, et le tonnage total des matières manipulées

atteint quatorze ou quinze fois le poids du produit emballé, sans compter les brassages des chaudières à cuites, etc.

Le personnel de fabrication employé dans les fabriques du midi de la France travaillant avec le procédé de Saint-Thibéry est de 70 ouvriers pour une production journalière de 4 tonnes de crème. En ajoutant le personnel d'entretien du matériel, traitement des résidus et services accessoires, on arrive au chiffre minimum de 90 ouvriers.

Pour fabriquer 4 tonnes de crème emballée, on devra faire journellement 12 opérations aux blancs et 30 opérations aux rouges. Or, si on considère qu'à la fin de chaque opération on doit tomber le feu pour la vidange et pour laisser refroidir le chaudron afin qu'un homme puisse en faire le nettoyage, puis rallumer et réchauffer encore pour une nouvelle opération, on voit combien le combustible est mal utilisé dans ces 42 chauffages forcément intermittents.

Quant à l'importance des pertes de fabrication, elle résulte tant de la méthode de travail employée que de la surface d'encombrement exigée par les nombreux éléments qui constituent le matériel de fabrication.

En prenant encore comme exemple une production journalière de 4 tonnes de crème, en se servant de cristallisoirs de même volume que les chaudrons à cuites et en comptant sur un refroidissement de quatr à cinq jours, il ne faut pas moins de 200 cristallisoirs de 80 hectolitres de capacité qui exigent une surface de locaux de 2.500 mètres carrés environ.

On peut donc facilement s'imaginer combien il est difficile de tenir ces vastes locaux dans un état de propreté convenable pour écarter les fermentations, éviter les épandages des produits en cours de fabrication qui tous sont transportés à la main, et empêcher que les dépôts boueux ne séjournent dans les rigoles des eaux-mères qui sillonnent les locaux des cristallisoirs.

La séparation du bitartrate fin d'avec les boues oblige à des lavages abondants et coûteux, et la présence des détritus organiques dans ces boues constitue un élément très actif de fermentation.

Enfin une fabrique de 4 tonnes a constamment en cristallisation, en traitement ou en dépôt, un volume total de 1.500.000 litres de liquides, lesquels, en cas d'arrêt fortuit et prolongé de la fabrication, seraient susceptibles d'entrer en fermentation et causeraient un véritable désastre.

CHAPITRE IX

PROJET D'INSTALLATION D'UNE FABRIQUE POUR UNE PRODUCTION MENSUELLE DE 100 TONNES DE CRÈME DE TARTRE

CALCUL DES APPAREILS

Nous supposerons vingt-cinq jours de travail par mois, ce qui correspondra à une production journalière de 4.000 kilogrammes de crème. La matière première sera un mélange de tartres et de lies à 47 0/0 de bitartrate. Les résidus seront traités par un acide minéral, et la liqueur tartrique sera saturée par le carbonate de chaux pour en retirer du tartrate de chaux comme sous-produit.

Moulins à matières premières. — Pour 100 kilogrammes de crème emballée, nous devons mettre en fabrication environ 120 kilogrammes de bitartrate (troisième partie, chap. VI, p. 124). La différence représente les pertes de fabrication et le produit récupéré des résidus. Nous devrons par conséquent mettre journellement en fabrication un poids de mélange tartre et lies de :

$$\frac{120 \times 4000}{47} = 10.200 \text{ kilogrammes.}$$

Nous prendrons pour ce travail :

1° Soit deux moulins à meules de la Ferté, de diamètre **1,50**, absorbant ensemble 12 chevaux, et un de rechange en plus ;

2° Soit deux broyeurs Loiseaux ou Carter n° 1, absorbant ensemble **8 à 10** chevaux, et un de rechange en plus.

Fours bouilleurs ou chaudrons à cuites. — Nous choisirons des chaudrons de 85 hectolitres de volume utile et 90 hectolitres de volume total. Une opération aux blancs donnera 350-370 kilogrammes de crème emballée.

Le nombre d'opérations aux blancs sera de :

$$\frac{4000}{350} = 12 \text{ environ.}$$

Chaque opération demande six heures. Un four fera donc journelle-

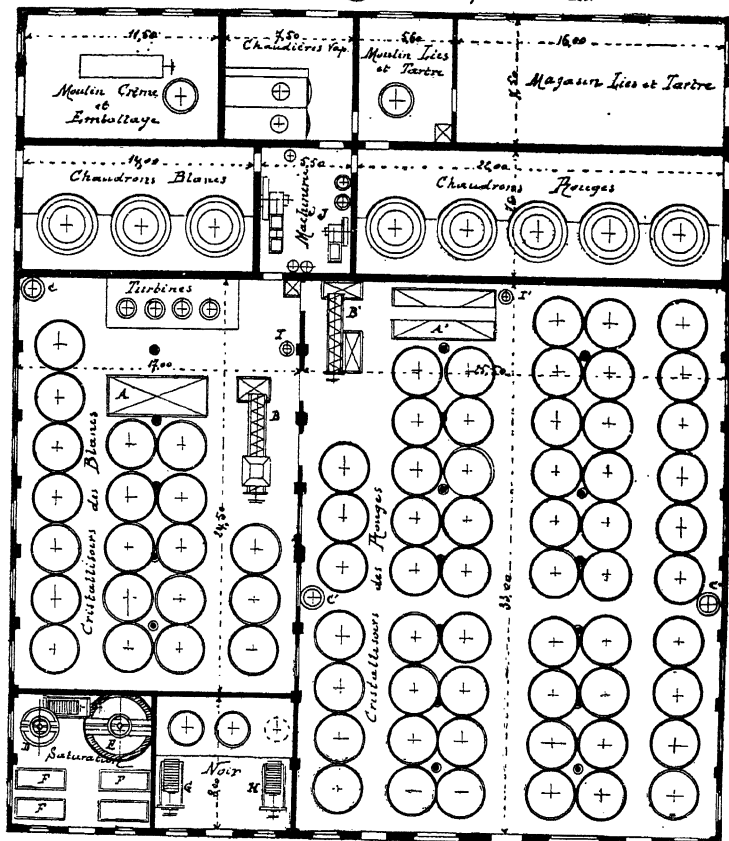



Fig. 36. — Projet de fabrique de crème par le procédé de Saint-Thibéry

ment 2 opérations et le nombre de fours bouilleurs pour les blancs sera de :

$$\frac{12}{2} = 6 \text{ fours.}$$

Avec une mise en fabrication de 47 0/0, on doit prévoir que 2 1/4 opérations aux rouges seront nécessaires pour alimenter une opération des blancs. Le nombre d'opérations aux rouges correspondant aux 12 blancs sera :

$$2,25 \times 12 = 27 \text{ opérations.}$$

Chaque opération des rouges demande quatre heures, donc un four des rouges fournira 3 opérations par jour, et le nombre de fours sera de :

$$\frac{27}{3} = 9;$$

mais, pour parer à toute éventualité, nous fixerons le nombre à 10 fours.

Les chaudières auront pour dimensions :

Diamètre supérieur...............	3^m,150
Diamètre inférieur...............	2 000
Hauteur..........................	1 700
Cuivre corocoro soigneus^t écroui.	
Parois...........................	3^{mm}
Fonds............................	4
Robinet de vidange...............	100
Tube collecteur..................	100
Foyers...........................	1,00 × 0,55

Cristallisoirs. — Le volume utile égalera celui d'une cuite. En comptant quatre jours de refroidissement et un vide d'une demi-journée pour pouvoir commencer le travail sans retard, le nombre de cristallisoirs des rouges pour 30 opérations aux chaudières à cuites sera de :

$$30 \times 4,5 = 135 \text{ cristallisoirs rouges.}$$

Pour 12 opérations aux blancs, on prendra :

$$12 \times 4,5 = 54 \text{ cristallisoirs blancs.}$$

Les dimensions intérieures seront :

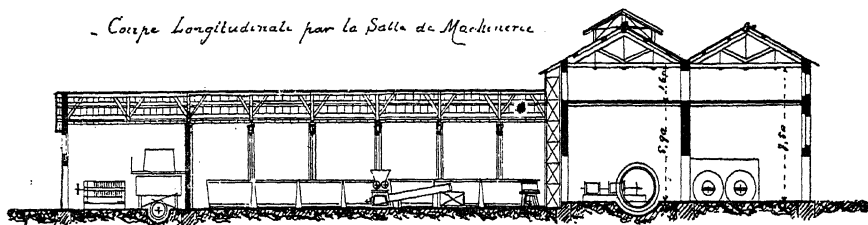
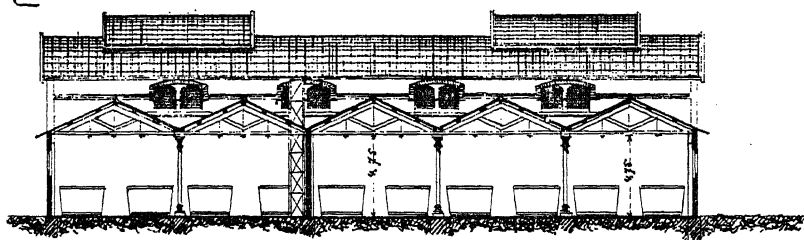
Diamètre supérieur...............	3^m,000
Diamètre inférieur...............	2 500
Hauteur..........................	1 550

Les cristallisatoirs des rouges seront en bois, douelles de 0^m,05 d'épaisseur et fond de 0^m,06. L'intérieur sera revêtu en cuivre mince agrafé et soudé de 6/10 de millimètre d'épaisseur sur les parois et 8/10 sur les fonds.

Les cristallisoirs des blancs seront en cuivre nu de 1 millimètre et demi d'épaisseur soigneusement écroui.

Laveuses à cristaux. — Le diamètre à l'extrémité des palettes de l'avis des rouges sera :

$$D = 0,20 + (0,05t) = 0,20 + (0,05 \times 4) = 0^m,400.$$

La longueur :

$$10 \times D = 10 \times 0,40 = 4 \text{ mètres.}$$

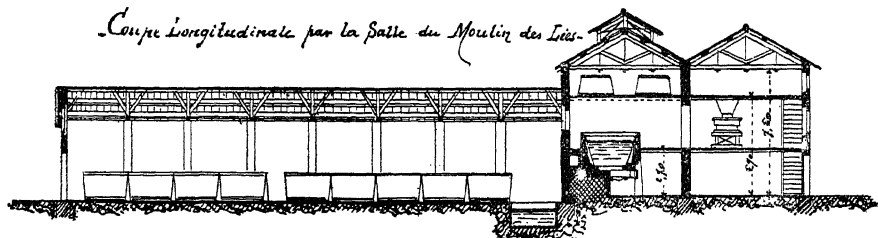



Fig. 37. — Projet de fabrique de crème par le procédé de Saint-Thibéry.

Le diamètre des spires de la vis des blancs sera :

$$D = 0,18 + (0,02t) = 0,18 + (0,02 \times 4) = 0^m,260.$$

Pas :

$$p = 0,45 \times D = 0,45 \times 0,26 = 0^m,120.$$

Longueur :

$$L = 20 \times D = 20 \times 0,260 = 5^m,200.$$

Ces laveuses feront 12 tours par minute.

Avec la laveuse des blancs sera conjugué un broyeur à rouleaux, $d = 0^m,240$, $L = 0^m,600$.

Essoreuses ou turbines centrifuges. — Une turbine de $0^m,800$ tournant à 1.000-1.100 tours par minute fait journellement six opérations de 80-85 kilogrammes chacune, ce qui correspond à un travail de 500 kilogrammes de crème séchée journellement.

Le nombre de turbines à installer pour le séchage de 4 tonnes de crème sera :

$$\frac{4000}{500} = 8.$$

On en mettra deux de plus comme rechange, soit au total 10 turbines.

En admettant $0^m,10$ pour l'épaisseur de la couche du produit dans le panier de rayon $0^m,40$, nous aurions en tournant à 1.050 tours par minute :

Vitesse de la couche extérieure :

$$V = \frac{0,80 \times 3,14 \times 1050}{60} = 43^m,96 \text{ par seconde.}$$

Intensité centrifuge :

$$I = \frac{80^{kg} \times (43,96 \times 43,96)}{9,81 \times 0,40} = 39.400 \text{ kilogrammes}$$

Vitesse de la couche intérieure :

$$V = \frac{0,60 \times 3,14 \times 1050}{60} = 32^m,97 \text{ par seconde.}$$

Intensité centrifuge :

$$I = \frac{80^{kg} \times (32,97 \times 32,97)}{9,81 \times 0,30} = 29.547 \text{ kilogrammes,}$$

et l'intensité centrifuge moyenne sera :

$$\frac{39400 + 29547}{2} = 34.473 \text{ kilogrammes.}$$

Le panier ayant $d = 0^m,800$, $h = 0^m,300$, la pression de la matière sur sa circonférence sera par centimètre carré :

$$\frac{34473}{3,14 \times 80 \times 30} = 4^{kg},5.$$

Si le panier pèse 50 kilogrammes, soit 25 kilogrammes pour chaque

moitié, l'effort qui tiendra à rompre les deux parois sera :

$$F = 0,63 \times \frac{(80 + 25) \times (43,96 \times 43,96)}{9,81 \times 0,40} = 32.577 \text{ kilogrammes.}$$

Si nous fixons le coefficient de travail du cuivre écroui à 8 kilogrammes par millimètre carré, soit le 1/5 de sa charge de rupture, la section de métal devra être :

$$\frac{32577}{8} = 4.000 \text{ millimètres carrés}$$

pour les deux parois, ou 2.000 pour une seule paroi.

La hauteur du panier étant de 300 millimètres, l'épaisseur sera :

$$\frac{2000}{300} = 6^{mm},7.$$

Le panier sera renforcé par des frettes extérieures qui compenseront l'affaiblissement produit par le perforage.

Si le poids du panier avec son arbre et la matière est de 445 kilogrammes et le diamètre du pivot $0^m,050$ ou $0^m,025$ de rayon, et le coefficient de frottement 0,07, la puissance en chevaux en pleine vitesse sera :

$$\frac{0,1 \times 0,025 \times 0,07 \times 445 \times 1.050t}{75} = 1^{ch},1.$$

La puissance au démarrage, si celui-ci dure deux minutes ou 120 secondes, sera :

$$\mathcal{P}_1 = \frac{445 \times (0,0523 \times 0,80 \times 1.050)^2}{2 \times 9,81 \times 120 \times 75} = 5 \text{ chevaux.}$$

Moyennement, il convient de compter comme puissance **2,5 ch.** par turbine en pleine marche, y compris la transmission.

Moulins à crème et bluterie. — On devra prendre un moulin à meules de la Ferté de $1^m,500$ de diamètre, force 6 chevaux, mais il sera prudent d'en installer deux pour en avoir un de rechange.

Prenant un blutoir hexagonal de diamètre circonscrit = 1 mètre, sa longueur totale serait :

$$L = 3t = 3 \times 4 = 12 \text{ mètres.}$$

On prendra deux blutoirs de 6 mètres enfermés dans une caisse commune. On leur donnera une inclinaison de $0^m,30$ vers la sortie. Ils seront garnis de gaze de soie double de Zurich, n° 12.

Pompes à liquides. — Les plus pratiques pour les mouvements des eaux-mères et des boues sont les pompes centrifuges et précisément les Dumont n° 3 avec tube de refoulement de 80 millimètres.

Le remplissage d'un chaudron bouilleur de 80 hectolitres se fait en quinze minutes. Le temps de fonctionnement de la pompe desservant les chaudrons des rouges sera pour trente opérations de sept heures et demie. A la rigueur une pompe suffirait; mais il sera plus prudent d'en installer deux semblables pour les rouges et autant pour les blancs.

Ces pompes seront placées sur les citernes des eaux-mères. Leur vitesse est de 950 tours par minute et avec une hauteur totale d'élévation de 6 mètres, elles absorbent 2,5 chevaux.

Monte-jus des boues. — Le volume de boue restant au fond d'un cristallisoir est d'environ 700 litres. Pour trente opérations de rouges ou trente cristallisoirs, on devra enlever 21.000 litres de boues.

On prendra des monte-jus de $1^{m},100$ de diamètre et $2^{m},600$ de hauteur, capacité 2.500 litres, qui contiendront les boues de trois opérations. En tenant compte du temps nécessaire pour le remplissage et la vidange, inversion des pressions, etc., on peut compter qu'un monte-jus suffit pour enlever 1.200 à 1.500 litres de boues à l'heure.

Par conséquent il sera nécessaire d'employer deux monte-jus pour les rouges et un semblable pour les blancs.

Ils seront posés verticalement, garnis de niveaux d'eau à leur partie supérieure. Les tuyaux de vide et de pression auront un diamètre de 30 millimètres. Les collecteurs d'aspiration de liquide auront $d = 50$ millimètres; ils porteront des prises avec robinets de 40 millimètres raccordés aux manches de caoutchouc qui plongent dans les cristallisoirs pour en aspirer les boues. Les tuyaux de refoulement aux dalles de décantation auront un diamètre de 80 millimètres.

Pompes à air des monte-jus. — Si nous admettons que les trois monte-jus arrivent à fonctionner simultanément, et que le temps de remplissage et de refoulement égale dix minutes, nous devrons pendant ce temps faire le vide et donner un volume d'air comprimé égal à :

$$3 \times 2500 = 7.500 \text{ litres},$$

ce qui correspond par heure à :

$$\frac{7500 \times 60}{10} = 45.000 \text{ litres ou } 45 \text{ mètres cubes.}$$

Si nous comptons comme effet pratique les 60 0/0 de l'effet théorique,

nous devrons prendre un compresseur comprimant à 2 atmosphères un volume théorique d'air de :

$$\frac{45 \times 100}{60} = 75 \text{ mètres cubes par heure,}$$

ce qui correspondra à une aspiration de 220 mètres cubes pendant le même temps.

Un tel compresseur aura pour dimensions :

Diamètre du piston...............	250 millimètres
Course..........................	400 —
Tours par minute................	100

La force absorbée par le compresseur travaillant comme pompe à vide sera de 7 chevaux, et comme compresseur à 2 atmosphères 12 chevaux; soit 19 chevaux en totalité.

Le compresseur sera en communication directe avec deux réservoirs en fer pour vide et pression qui auront pour dimensions : diamètre, $1^{m},400$; hauteur, 3 mètres.

Traitement des résidus. — Nous traiterons seulement les sablons rouges et les boues. Les sablons blancs séchés seront vendus tels quels.

En comptant 120 kilogrammes sablons rouges humides et 500 litres boues pour 100 kilogrammes de crème emballée, nous devrons traiter journellement :

$\frac{120 \times 4000}{100} = 4.800^{kg}$ de sablons à 9 0/0 de tartrate de chaux..	432^{kg}
$\frac{500 \times 4000}{100} = 20000$ litres de boues à 11 0/00..................	220
Poids du tartrate contenu dans les résidus............	652^{kg}

Des 650 kilogrammes de tartrate à 100 0/0 nous retirons environ le même poids sec, mais à 80 0/0 de pureté.

a) Cuves à cuites. — Dans une cuve à cuites de 40 hectolitres, nous traiterons en une opération 1.600 kilogrammes de sablons rouges ou 2.700 litres de boues. Nous devrons faire journellement :

$$\frac{4800}{1600} = 3 \text{ opérations sablons;}$$

$$\frac{20000}{2700} = 8 \text{ opérations boues.}$$

Une cuite de sablons se fait en deux heures et une cuite de boues en

une heure ; donc, en mettant les cuves à cuites en communication avec des monte-jus pour la filtration, deux cuves à cuites seront suffisantes. Si on devait filtrer directement, on prendrait quatre cuves à cuites.

Ces cuves auront pour dimensions :

Diamètre inférieur................	2m,100
— supérieur..............	2 000
Hauteur.........................	1 200

Cuves en bois de 0m,06 doublées de plomb de 6 millimètres avec agitateur en pitchpin faisant 12 tours par minute.

b) Filtres-presses, tourteaux. — Nous choisirons le type de 0m,800×0m,800 à vingt-quatre cadres de 0m,03 d'un volume de chambre de 300 litres.

Les sablons à 50 0/0 d'eau ont une densité de 0,9. Le volume des 4.800 kilogrammes de sablons sera :

$$\frac{4800}{0,9} = 5.300 \text{ litres,}$$

représentant :

$$\frac{5300}{300} = 18 \text{ filtrations.}$$

Un filtre-presse fera par jour 2 filtrations avec lavage. Nous devrons prévoir par conséquent 9 filtres pour les sablons. Les boues contiennent de 8 à 10 0/0 en volume de matières solides, soit 1.800 litres qui occupent :

$$\frac{1800}{300} = 6 \text{ filtrations,}$$

soit 3 filtres ; et le total des filtres-presses sera de 12.

c) Saturateur. — Le volume de liqueur tartrique rendu par une cuite est de 2.000 à 2.500 litres, soit pour les 10 cuites moyennement :

	22.000 litres
Les lavages des tourteaux donneront un volume de..	33.000 —
Volume de liquides à saturer......................	55.000 litres

à environ 3° B.

Nous prendrons deux saturateurs qui feront chacun deux opérations journalières. Ils auront pour dimensions :

Diamètre inférieur................	3m,300
— supérieur..............	3 100
Hauteur.........................	2 200

On les remplira à 1m,70 de hauteur pour éviter que la mousse qui se forme pendant la saturation au carbonate ne vienne à déborder. Chaque

saturation donnera environ 225 kilogrammes de tartrate humide à 40 0/0 d'eau, soit 175 kilogrammes sec. Ces saturateurs seront placés à 5 ou 6 mètres en contre-haut des filtres à tartrate, de façon que la filtration se fasse directement.

d) *Filtres-presses tartrate.* — Un filtre-presse de 0m,800 × 0m,800 à vingt-quatre cadres de 0m,03 d'épaisseur retient et lave en dix heures 300 kilogrammes de tartrate humide à 40 0/0 d'eau. Quatre filtres de cette dimension nous donneront journellement 1.200 kilogrammes de tartrate humide correspondant aux 700 kilogrammes secs que nous devons retirer des résidus.

Purification du noir animal. — La consommation de noir purifié en pâte est de 4 à 5 kilogrammes par 100 kilogrammes de crème emballée. Nous devrons compter par conséquent sur 200 kilogrammes de noir purifié par jour.

a) *Cuves à cuites.* — Une cuve à cuites de 40 hectolitres traite en une opération 700 kilogrammes de noir en poudre qui rendent 500 kilogrammes de noir en pâte. Le traitement dure cinq jours : on obtient donc 100 kilogrammes de noir en pâte par jour. Nous installerons trois cuves qui suffiront au delà de nos besoins. Les dimensions seront :

Diamètre supérieur...............	2m,100
— inférieur................	1 900
Hauteur.........................	1 300

Elles seront en fonte émaillée et munies de barboteurs-agitateurs à vapeur.

b) *Saturateur phosphate.* — Le liquide provenant d'une cuite de noir a un volume de 3.500 litres. On y ajoute les trois premiers lavages, soit 10.500 litres ; donc le liquide à saturer pour une cuite de noir est de 14.000 litres. Cette saturation se fait très rapidement. Nous prendrons un seul saturateur de 8.500 litres de capacité. Il sera en bois, doublé de plomb de 3 millimètres muni d'un agitateur.

Diamètre supérieur...............	2m,150
— inférieur................	2 500
Hauteur.........................	1 600

c) *Filtres-presses.* — Un filtre-presse de 0m,800 × 0m,800 à vingt-quatre plateaux chambrés contient 135 kilogrammes de noir en pâte. En faisant deux filtrations par jour, un seul filtre donnera 270 kilogrammes de noir, ce qui est suffisant. On prendra un filtre semblable pour le phosphate.

d) Monte-jus acide. — Il sera en plomb durci, d'une capacité de 700 litres correspondant à 800 kilogrammes d'acide chlorhydrique à 21° B.

Diamètre	$0^{m},800$
Hauteur	1 500
Épaisseur des parois	28^{mm}

On le placera à proximité d'un bassin en ciment armé revêtu de plomb ayant un volume de 25.000 litres, qui contiendra la provision de deux mois.

Machine et chaudières à vapeur. — La puissance totale sera :

Deux moulins matières premières	12 chevaux
Deux laveuses cristaux et broyeurs blancs	1 —
Dix turbines centrifuges	25 —
Un moulin crème avec blutoir	7 —
Un compresseur air	20 —
Deux cuves cuites résidus et deux saturateurs	4 —
Pompes centrifuges eaux-mères rouges et blancs	8 —
Pompes à eau	3 —
	80 chevaux
30 0/0 pertes, transmissions et divers	20 —
TOTAL	100 chevaux

Admettant une consommation de vapeur de 20 kilogrammes par force de cheval et par heure, nous aurons à produire par heure un poids de vapeur de

100×20 .... 2.000^{kg}

Une cuite de résidus faite avec 2.500 litres de liquide et vapeur à 6 kilogrammes ou 165° de température demandera :

$$P = \frac{(t - t_0)\,Q}{606,5 + (0,305\,t - t')} = \frac{(100^\circ - 15^\circ) \times 2500}{606,5 + [0,305 \times (165^\circ - 100^\circ)]} = 333$$

Nous compterons 1,5 fois cette quantité,

soit $1,5 \times 333 = 500$.

Les 11 cuites demanderont :

$11 \times 500 = 5.500$ en 10 heures; soit par heure........... 550^{kg}

On fera journellement une cuite et un lavage ou bien deux lavages au noir. Chaque opération demandera 600 kilogrammes de vapeur.

Soit pour les deux : 1.200 kilogrammes par jour, ou par heure... 120^{kg}

TOTAL : Vapeur à produire par heure......... 2.670^{kg}

Comptant sur une vaporisation de 15 kilogrammes par heure et par mètre carré de surface de chauffe, nous devrons avoir une surface de chauffe égale à :

$$\frac{2270}{15} = 151 \text{ mètres carrés,}$$

soit deux chaudières de 85 mètres carrés chacune. Nous en installerons trois pour en avoir une de rechange. Ces chaudières du type Cornouailles auront pour dimensions :

Corps de chaudière : Diamètre	$2^m,150$
— Longueur............	9^m
Deux foyers intérieurs : Diamètre..........	$0^m,800$
— Longueur	9^m
Timbre	7^{kg}
Poids total	18.000^{kg}

Le collecteur de vapeur aura pour dimensions :

$$D = \frac{4P}{3600\pi Vd'} = \frac{4 \times 2270}{3600 \times 3,14 \times 20 \times 3,42} = 110 \text{ millimètres.}$$

P = poids de vapeur par heure ; V = vitesse d'écoulement par seconde ; d = densité de vapeur à 6 kilogrammes.

Nous prendrons une pompe Worthington pour l'alimentation.

Elle aura pour dimensions:

Cylindres à vapeur : Diamètre	152^{mm}
— à eau —	102
Course des pistons	152

pouvant fournir 12.000 litres d'eau par heure, soit une puissance de 5 fois celle nécessaire.

Cheminée. — Une opération aux rouges consomme un maximum de 200 kilogrammes de charbon. La consommation pour les 27 opérations sera de :

200 × 27............................	5.400^{kg}

Une opération aux blancs consomme un maximum de 240 kilogrammes de charbon. La consommation pour les 12 opérations sera de :

240 × 12............................	2.880^{kg}
En une journée	8.280^{kg}

Soit par heure.. 828kg

Si, pour la chaudière, nous admettons une vaporisation de 8 kilogrammes d'eau par kilogramme de charbon, la consommation de charbon par heure sera :

$\frac{2270}{8}$ 282kg

Soit une consommation totale de charbon par heure 1.110kg

En employant la formule de Montgolfier, qui donne des résultats suffisamment approchés de celle de Peclet, et en fixant *a priori* la hauteur à 50 mètres, nous aurons pour section au sommet :

$$S = 1,87 \frac{Q}{\sqrt{H}} = 1,87 \times \frac{1110}{\sqrt{50}} = 293 \text{ décimètres carrés,}$$

soit un diamètre au sommet de $1^m,90$.

QUATRIÈME PARTIE

FABRICATION PAR LE PROCÉDÉ MÉCANIQUE

CHAPITRE PREMIER

DESCRIPTION DE L'APPAREIL MÉCANIQUE

Les imperfections et les grandes dépenses d'installation qui résultent de l'emploi du vieux procédé de Saint-Thibéry nous ont fait étudier un appareil rationnel qui permette d'obtenir plus simplement et bien plus économiquement la crème de tartre à titre non inférieur à 99°-99°,5.

Pour la description de cet appareil, nous croyons préférable de s'en rapporter à la rédaction de notre brevet français ci-dessous :

« ***Brevet d'invention n° 328-713*** (demandé le 22 janvier 1903, délivré le 8 mai 1903, publié le 18 juillet 1903). *Appareil mécanique perfectionné pour la fabrication industrielle de la crème de tartre*, par M. Ulysse Roux. — La fabrication industrielle de la crème de tartre consiste à traiter les matières brutes (tartres, lies de vin), à l'ébullition, par l'eau ou eau-mère provenant d'une précédente opération, dans des cuveaux ouverts munis de serpentins de vapeur, ou bien dans des chaudières en cuivre, chauffées à feu nu. On verse ensuite cette solution dans des bacs-cristallisoirs et on laisse en repos pendant trois ou quatre jours.

« Le bitartrate de potasse se dépose contre les parois et sur le fond de ces bacs sous la forme de cristaux fortement colorés, très impurs, que l'on redissout de la même manière, et dans des appareils semblables, pour les décolorer et les épurer. Cette nouvelle dissolution est mise également à cristalliser pendant trois à quatre jours dans des bacs cristallisoirs, et on obtient finalement du bitartrate de potasse blanc que l'on appelle crème de tartre raffinée.

« Cette manière d'opérer remonte à l'origine même de cette industrie,

qui est restée réfractaire à tout perfectionnement. Elle est défectueuse et peu économique.

« Les frais de main-d'œuvre sont très élevés. La dépense de combus-

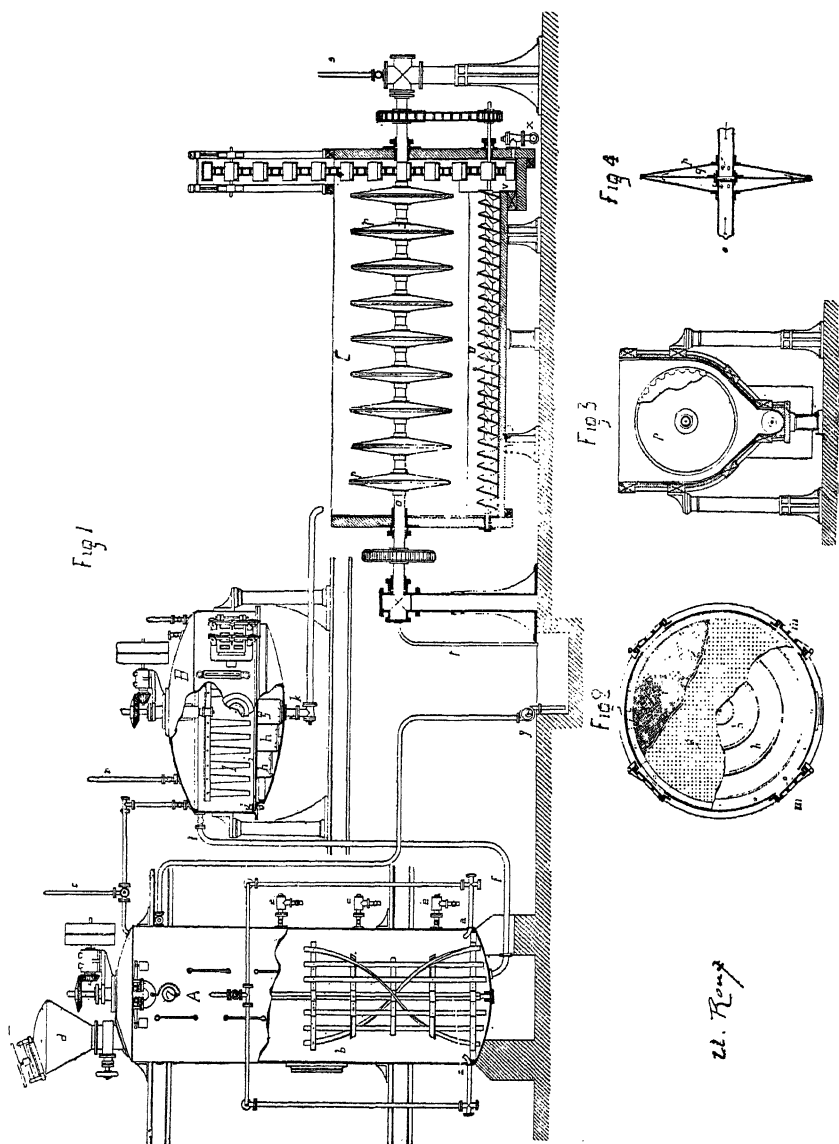



Fig. 38. — Dessin de l'appareil mécanique annexé au brevet Roux.

tible, pour une opération, est hors de proportion avec la quantité de produit retiré. La cristallisation, se faisant au contact de toutes les impuretés, oblige à des lavages abondants qui occasionnent des excé-

dents de liquides à saturer. L'épuisement des boues et résidus est long, pénible et très onéreux par les pertes de fabrication qu'il entraîne, et le séjour prolongé des solutions dans les cristallisoirs, outre qu'il nécessite un matériel considérable quadruple de celui correspondant à la production journalière, occasionne de nouvelles pertes par les fermentations qui en résultent.

« C'est pour obvier à ces inconvénients que nous avons été amenés à opérer cette fabrication dans un appareil mécanique formé des trois éléments suivants :

« A. — Autoclave mécanique, à pression de vapeur, pour la dissolution rapide et à haut titre des matières à raffiner ou brutes.

« B. — Filtre à pression de vapeur et à grand débit pour la séparation des solutions d'avec les impuretés de toutes sortes.

« C. — Bac-refroidissoir pour la précipitation du bitartrate de potasse récupérant la chaleur contenue dans la solution pour la restituer à l'autoclave A en vue de l'opération suivante.

« L'ensemble de la fabrication se compose de deux appareils complets formés chacun des trois éléments A, B, C, de dimensions appropriées à l'importance du travail donné. Un appareil fournit les cristaux rouges ; l'autre les raffine et les transforme en crème de tartre blanche. Tous deux ont un fonctionnement analogue, et nous prendrons comme exemple, dans les descriptions ci-dessous, le travail de raffinage.

« *Élément A.* — C'est un autoclave à vapeur entièrement en cuivre muni dans son axe d'un agitateur mécanique (*b*) formé de traverses rectilignes, reliées par des lames hélicoïdales, dont l'action assure le broyage de la matière à dissoudre.

« La vapeur débouche dans la partie inférieure par deux ajutages diamétralement opposés (*a*, *a*) qui pénètrent à l'intérieur et se retournent supérieurement, de façon à imprimer un mouvement ascensionnel et giratoire à la masse, inverse de celui déterminé par la rotation des lames hélicoïdales de l'agitateur.

« Les matières à dissoudre et les produits décolorants (noir animal, kaolin) sont introduits par la trémie (*d*) qui peut à volonté être mise en communication ou isolée d'avec l'intérieur de l'autoclave.

« On introduit d'abord une quantité convenable d'eau-mère d'une précédente opération au moyen de la pompe (*y*) et du tuyau (*y'*), puis, par la trémie (*d*), une charge de matière à traiter correspondant à une dissolution totale de 10 à 11 0/0 de bitartrate de potasse. On met l'agitateur (*b*) en mouvement et, par (*a*, *a*), on amène la vapeur à 3 atmosphères.

« Sous l'influence des deux mouvements inverses qui sollicitent la masse, il s'opère un brassage très énergique, dont l'intensité peut être

augmentée encore en laissant s'échapper un léger filet de vapeur par le tuyau (*c*), et la dissolution est rapidement terminée.

« On introduit par (*d*) le noir animal et le kaolin, et, après s'être assuré de la fin de l'opération par des prises d'échantillon au moyen des éprouvettes (*e*, *e*), on évacue par (*f*) la charge qui passe ensuite à travers le filtre B.

« *Élément B.* — Vase clos en cuivre, muni d'un faux fond constitué par un disque métallique (*g*) en plusieurs pièces, perforé sur toute la surface, reposant sur un bord annulaire intérieur formé par l'assemblage du fond avec le corps cylindrique, et aussi sur des cercles concentriques (*h*) fixes sur le fond.

« Deux toiles superposées (*i*, *i*), une en tissu grossier et l'autre de finesse appropriée, recouvrent le disque, et cet ensemble forme la surface filtrante.

« Le bord de la toile supérieure est cousu avec une bande de caoutchouc qui est pincée par des platines métalliques (*j*, *j*) à serrage extérieur, ce qui assure le maintien des toiles sur le disque et l'étanchéité du joint.

« Un râteau métallique tournant (*l*) facilite le passage du liquide à travers la surface filtrante, en creusant constamment des sillons concentriques dans l'épaisseur du tourteau à mesure de sa formation.

« Quatre portes de déchargement (*m*), à charnières et à vis de pression, servent à extraire ce tourteau.

« Un tuyau (*c'*), en communication avec (*c*), permet d'utiliser la vapeur d'échappement de l'autoclave A pour chauffer le filtre avant son fonctionnement.

« Un tuyau (*n*) amène la vapeur directement de la chaudière.

« La masse venant de l'autoclave A pénètre par (*f*) dans l'espace supérieur du vase et, par la seule pression contenue dans l'autoclave, filtre à travers les toiles (*i*) qui retiennent le tourteau et laissent passer le liquide clair qui sort ensuite par la tubulure (*k*). A mesure de sa formation, le tourteau est sillonné et divisé par le râteau (*i*), empêchant ainsi la formation d'une couche épaisse et compacte qui paralyserait le passage du liquide. De plus, pour compenser la chute de pression et l'abaissement de température qui occasionneraient un commencement de cristallisation du bitartrate dans le tourteau, on termine la filtration au moyen d'un jet de vapeur à 4 atmosphères venant directement des générateurs par (*n*).

« Le tourteau est lavé à l'eau chaude et extrait aux moyen de ringards par les portes (*m*). Le liquide filtré se rend par (*k*) et (*k'*) dans l'élément refroidisseur (*c*) où il laisse déposer le bitartrate qu'il tient en dissolution.

« *Élément C.* — Constitué par un bac entièrement métallique ou en charpente de bois revêtu d'une feuille de cuivre mince à l'intérieur.

« La forme est rectangulaire dans le plan horizontal, et les parois longitudinales vont en se rétrécissant pour aboutir à un canal placé dans son axe et à sa partie inférieure.

« Un arbre (*o*) creux, rotatif, supporté à ses extrémités par deux têtes à presse-étoupes (*z*, *z'*) traverse le bac dans son axe longitudinal. Sur cet arbre sont fixées parallèlement un certain nombre de lentilles Pistorius (*p*) employées dans la rectification de l'alcool.

« Ces lentilles, faites avec des feuilles de cuivre mince, sont divisées en deux compartiments par un diaphragme (*q*) à bord dentelé.

« L'arbre creux est fermé hermétiquement par des cloisons métalliques au droit de chaque diaphragme, et porte en avant et en arrière de ces cloisons des fentes ou orifices (*r*, *r*) qui débouchent dans chaque compartiment correspondant, et établissent ainsi, dans l'ensemble de l'arbre et des lentilles, un système continu de communications en zigzag.

« Le canal formant le fond du bac renferme une vis sans fin (*u*) destinée à pousser vers la capacité (*v*) le précipité de bitartrate qui est extrait d'une façon continue au moyen d'un élévateur à godet (*u'*).

« Enfin un robinet (*x*) sert à écouler le liquide-mère complètement refroidi après l'opération.

« Le liquide bouillant et filtré sortant par (*k*) de l'élément B vient remplir la capacité du bac C et submerger l'arbre (*o*) et ses lentilles (*p*) qui sont traversées intérieurement par un courant continu d'eau-mère froide provenant d'une précédente opération.

« Cette eau-mère, qui entre par (*s*) et sort par (*t*), s'échauffe dans son parcours au contact des parois de l'arbre et des lentilles, et enlève au liquide du bac un nombre correspondant de calories qui produit la précipitation du bitartrate au fond de l'appareil.

« On continue la circulation intérieure de l'eau-mère froide jusqu'à complet refroidissement du liquide du bac, qui est alors complètement dépouillé de l'excès de bitartrate qu'il tenait en dissolution; celui-ci, poussé par la vis (*u*) et enlevé par l'élévateur (*u'*), est séché et emballé pour être livré au commerce.

« On fait écouler le liquide refroidi du bac par (*x*) et on l'envoie dans un réservoir supérieur pour être utilisé à son tour pour refroidir une opération suivante. Quant à l'eau-mère qui sort par (*t*) après avoir parcouru l'arbre et les lentilles et qui se trouve portée à une température relativement élevée, elle est prise par une pompe (*y*) et envoyée dans l'autoclave A pour le raffinage d'une nouvelle charge de bitartrate.

« Elle rentre ainsi dans le cycle des opérations décrites ci-dessus et

sera refroidie à son tour par l'eau-mère, venant du bac, qu'elle-même avait refroidie précédemment.

« Nous avons ainsi une transmission continuelle de température qui nous permet d'obtenir en quelques heures le bitartrate en produit commercial, tout en récupérant, pour la restituer à l'autoclave A, la majeure quantité de chaleur primitivement dépensée.

« *En résumé*, je revendique comme ma propriété exclusive :

« 1° L'application à la fabrication du bitartrate de potasse, ou même à son seul raffinage, de l'ensemble, ou de n'importe lequel pris isolément, des éléments A, B, C formant un appareil mécanique nouveau pour cette fabrication, lesquels éléments sont caractérisés par :

« A. — Un autoclave à vapeur, muni d'un agitateur mécanique à bras rectiligne reliés par des lames hélicoïdales dont l'action, inverse de celle produite par la combinaison d'arrivée de la vapeur dans le bas au moyen d'ajutages pénétrant et se recourbant à l'intérieur, produit au sein de la masse à traiter un brassage énergique et intime qui facilite et active la dissolution et le raffinage du bitartrate de potasse.

« B. — Un filtre à vapeur composé d'un vase clos muni sur toute la surface d'un faux fond perforé recouvert de toiles filtrantes, possédant un râteau mécanique pour faciliter et activer la séparation du liquide d'avec le tourteau, et employant la vapeur tant comme moyen de pression que comme agent thermique pour empêcher la cristallisation dans l'intérieur du tourteau.

« C. — Un bac refroidisseur muni à l'intérieur d'une série de lentilles Pistorius à diaphragme intérieur montées parallèlement sur un axe rotatif creux cloisonné verticalement dans le plan médial de chacune d'elles, et dont l'ensemble est pourvu de communications appropriées pour assurer la circulation intérieure en zigzag du liquide réfrigérant, lequel récupère la chaleur primitivement dépensée pour la restituer à l'autoclave A.

« 2° Je me réserve également le droit de modifier l'élément C en substituant à l'arbre creux et aux lentilles un tuyau rotatif enroulé en forme de serpentin simple ou multiple, ou encore la disposition de deux lentilles reliées par un faisceau tubulaire, ou tous autres dispositifs basés sur le même principe et découlant de la description ci-dessus. »

Cet appareil installé industriellement en Espagne a donné d'excellents résultats. Il permet de traiter des lies très pauvres ne renfermant que du tartrate de chaux dont la transformation en bitartrate au moyen du bisulfate de potasse se fait facilement et complètement malgré des concentrations très élevées allant jusqu'à 90 grammes de bitartrate de potasse par litre d'eau.

En travaillant des lies de bonne qualité comme celles d'Italie, qui contiennent très peu de gomme ou de matières pectiques, on traite la matière première directement, sans aucune préparation préalable, et on se limite à laisser la dissolution pendant quelques heures sous une pression de 3 atmosphères avant d'envoyer la masse dans le filtre. Cette cuite sous pression, appliquée par Dietrich dans la fabrication de l'acide tartrique, coagule un grand nombre de matières visqueuses et rend par conséquent la filtration plus facile.

Mais, avec certaines lies françaises et surtout avec les lies espagnoles, principalement celles provenant de vins blancs dans lesquelles l'acide pectique abonde, cette cuite sous pression n'est pas suffisante et il est indispensable de recourir à la torréfaction préalable de la lie.

CHAPITRE II

PRATIQUE DES OPÉRATIONS ET RENDEMENT DES APPAREILS

Torréfaction des lies. — Les avantages qui résultent de l'emploi des lies torréfiées dans la fabrication de la crème de tartre sont considérables.

Les filtrations ou les décantations sont bien plus faciles qu'avec les lies non torréfiées et le lavage des tourteaux est rapide et complet. Les liquides des rouges demeurent limpides et les cristaux retirés sont faiblement colorés, ce qui facilite leur raffination. Enfin la fermentation des liquides, qui commence habituellement vers le cinquième jour, est reculée de deux et même trois fois cette limite.

Mais, pour obtenir tous ces avantages, il est nécessaire que le degré de torréfaction soit exact et ne s'écarte pas sensiblement d'un point limite de température qui assure la destruction des gommes sans attaquer l'acide tartrique.

La température convenable pour la torréfaction de la lie peut varier de 170 à 220° suivant la disposition de l'appareil et le temps pendant lequel y séjourne la lie. Cette torréfaction fait dégager des vapeurs fétides et denses qui indiquent la décomposition des matières visqueuses. On reconnaît qu'une lie est torréfiée à point à la rapidité qu'elle met pour filtrer au laboratoire, et aussi à l'apparence brillante du liquide qu'il doit conserver pendant plusieurs jours. Les lies insuffisamment torréfiées donnent un liquide transparent, mais qui paraît trouble par réflexion ; avec les lies blanches, ce trouble a un aspect de couleur verdâtre sale. Quand le point voulu de torréfaction n'a pas été atteint, le liquide se maintient brillant pendant un certain temps, mais il prend ensuite cette apparence trouble.

A mesure que la lie se torréfie, elle diminue de poids et son pour cent d'acide tartrique augmente proportionnellement. Si on dépasse la limite convenable de température, il se produit alors une décomposition de l'acide qui diminue rapidement sa teneur primitive.

A la température de 120-130°, le bitartrate de potasse est inaltérable et le tartrate de chaux ne fait que perdre son eau de cristallisation. Peu importe que la température de l'appareil à torréfier soit de 180, 200 ou 220°. Il suffit que le produit pendant son séjour ne dépasse pas la température de 120-130° à laquelle commence la décomposition de l'acide. Or, la capacité calorifique ou chaleur spécifique de la lie étant très élevée (environ 0,6), plusieurs heures lui seront toujours nécessaires pour atteindre, dans un appareil industriel, cette température critique.

Nous donnons ci-dessous deux séries d'essais faits au laboratoire sur des lies blanches espagnoles qui nous ont servi de base pour installer un torréfacteur mécanique continu.

Ces essais ont été faits dans un torréfacteur à café, d'une contenance de 2 litres, auquel nous avions adapté des palettes intérieures pour remuer constamment la masse. Le chauffage était fait très régulièrement au moyen d'une rampe à gaz, et un thermomètre pénétrant par le centre permettait de maintenir invariable la température fixée. Chaque expérience se faisait sur 400 grammes de matière moulue maintenue en mouvement.

Pour déterminer le temps de filtration de la lie torréfiée, on faisait bouillir 50 grammes de matière dans 500 centimètres cubes d'eau et on jetait la masse sur un filtre Laurent n° 6.

Il résulterait de ces essais :

Que, pour obtenir une torréfaction convenable, la température de 140° ne serait pas suffisante, puisque même après un séjour de six heures dans l'appareil le produit obtenu emploierait deux minutes et demie à l'essai de filtration;

Qu'à la température de 160° la matière devrait séjourner pendant trois heures dans l'appareil ;

Qu'à la température de 200° elle devrait séjourner de deux à trois heures ;

Et qu'à 220° elle devrait seulement séjourner de une à deux heures.

Pour l'installation projetée, nous avons adopté la température de 200-220°. L'appareil est formé d'un tube de fer tournant lentement et muni à l'intérieur d'une série de pelles qui remuent constamment la matière tout en l'acheminant vers la sortie. La lie à torréfier est introduite au moyen d'un distributeur automatique. Elle tombe à sa sortie dans une vis sans fin qui l'extrait de l'appareil.

Un cylindre de $1^{m},100$ de diamètre et 10 mètres de longueur torréfie 250 kilogrammes de lie sèche par heure avec une consommation de 26 kilogrammes de coke de gaz.

L'appareil tourne à la vitesse de 1 tour par minute. La force motrice totale dépensée, y compris les transmissions et le ventilateur pour le tirage du foyer, est de $2^{chx},5$.

PREMIÈRE SÉRIE D'ESSAIS

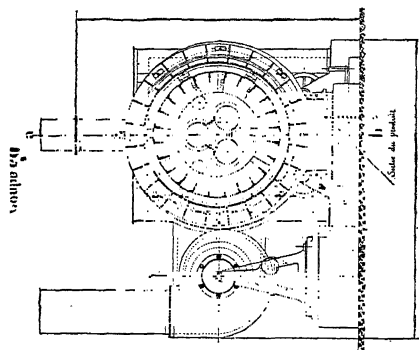
TEMPS DE TORRÉFACTION	Température dans le torréfacteur	Acide tartrique total	Temps de filtration	Aspect de l'eau-mère refroidie
Avant torréfaction........		26,15	18^m	Trouble
Après 30 minutes.........	140°	26,32	6^m 25^s	—
— 1 heure..........	»	27,27	4 35	—
— 1^h 1/2............	»	27,43	2 40	—
— 2 heures..........	»	27,95	2 20	—
— 2^h 1/2............	»	27,80	2 30	—
— 3 heures..........	»	27,84	2 20	—
Avant torréfaction........		26	20^m	Trouble
Après 30 minutes.........	160°	28,23	2^m 40^s	—
— 1 heure..........	»	29,82	2 10	—
— 1^h 1/2............	»	29,66	2 05	—
— 2 heures..........	»	29,92	1 30	—
— 2^h 1/2............	»	28,23	1 35	—
— 3 heures..........	»	27,83	1 27	—
Avant torréfaction........		25,50	20^m	Trouble
Après 30 minutes.........	180°	29,03	1^m 35^s	—
— 1 heure..........	»	29,51	1 35	—
— 1^h 1/2............	»	29,51	1 45	Brillant
— 2 heures..........	»	29,51	1 25	—
— 2^h 1/2............	»	29,96	1 33	—
— 3 heures..........	»	30,31	1 21	—
Avant torréfaction........		25,52	20^m	Trouble
Après 30 minutes.........	200°	26,32	1^m 55^s	Brillant
— 1 heure..........	»	27,12	1 50	—
— 1^h 1/2............	»	27,92	1 40	—
— 2 heures..........	»	28,07	1 30	—
— 2^h 1/2............	»	29,51	1 20	—
— 3 heures..........	»	30,78	1 30	—
Avant torréfaction........		24,81	18^m	Trouble
Après 30 minutes.........	220°	24,83	1^m 40^s	Brillant
— 1 heure..........	»	25,52	1 20	—
— 1^h 1/2............	»	25,80	1	—
— 2 heures..........	»	24,73	1	—
— 2^h 1/2............	»	21,17	1	—
— 3 heures..........	»	21,21	1	—

DEUXIÈME SÉRIE D'ESSAIS

TEMPS DE TORRÉFACTION	Température dans le torréfacteur	Acide tartrique total	Temps de filtration	Aspect de l'eau-mère refroidie
Avant torréfaction.......	140°	25,53	18^m	
Après 1 heure...........	»	25,83	4^m 4^s	Trouble
— 2 —	»	26,32	3 15	—
— 3 —	»	27,92	2 20	—
— 4 —	»	27,92	2 25	—
— 5 —	»	27,80	2 32	—
— 6 —	»	27,84	2 30	Brillant
Avant torréfaction.......	160°	26,12	20^m	Trouble
Après 1 heure...........	»	29,19	2^m 15^s	—
— 2 —	»	29,19	2	—
— 3 —	»	28,72	2 15	—
— 4 —	»	27,59	1 45	—
— 5 —	»	27,87	1 40	—
— 6 —	»	27,67	1 10	Brillant
Avant torréfaction.......	180°	24,73	18^m	Trouble
Après 1 heure...........	»	26,73	1^m 50^s	—
— 2 —	»	27,92	2	Brillant
— 3 —	»	29,35	1 30	—
— 4 —	»	31,58	1 50	—
— 5 —	»	29,35	1 30	—
— 6 —	»	28,87	1 30	—
Avant torréfaction.......	200°	26,12	18^m	Trouble
Après 1 heure...........	»	28,87	1^m 40^s	Brillant
— 2 —	»	30,31	1 30	—
— 3 —	»	30,31	1 35	—
— 4 —	»	30,78	1 25	—
— 5 —	»	30,14	1 30	—
— 6 —	»	29,66	1 30	—
Avant torréfaction.......	220°	26,47	18^m	Trouble
Après 1 heure...........	»	28,72	1^m 30^s	Brillant
— 2 —	»	24,88	1 15	—
— 3 —	»	24,40	1 20	—
— 4 —	»	24,88	1 15	—
— 5 —	»	15,79	1 15	—
— 6 —	»	13,87	1 15	—

On doit compter une dépense de 0 fr. 70 à 0 fr. 80 pour la torréfaction de 100 kilogrammes de lie sèche. Cette dépense comprend le combustible, la force motrice et la main-d'œuvre. On doit y ajouter 2 0/0 de pertes sur la lie.

Le chauffage peut se faire extérieurement ou intérieurement par les gaz du foyer qui viennent se mélanger à la matière.

Mais un moulin quel qu'il soit, même si on le fait fonctionner comme granulateur, donne toujours de 15 à 20 0/0 et même plus

d'impalpable dont la plus grande partie est entraînée avec les gaz du foyer et échappe ainsi à la torréfaction.

A cet inconvénient viennent s'ajouter les risques d'incendies qui se produisent facilement dans la chambre à poussières et qui peuvent augmenter considérablement les pertes dues à la torréfaction.

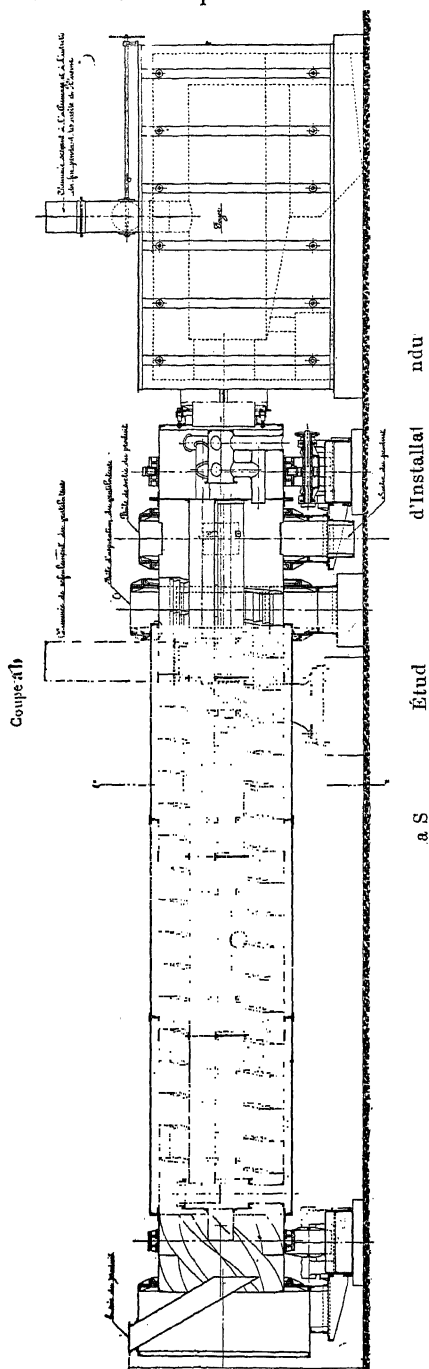
Ces raisons nous ont fait abandonner le chauffage intérieur du cylindre et adopter définitivement le chauffage extérieur.

Dietrich, ingénieur et directeur de la Société d'études spéciales et d'installations industrielles à Paris, a étudié un torréfacteur tournant qui réalise les meilleures conditions et satisfait à toutes les exigences.

FIG. 39 *bis*. — Appareil construit par la maison G. Vernon de Bornel.

Cet appareil (*fig.* 39) est constitué par deux cylindres concentriques en fer portant à leur centre un faisceau de trois tubes de gros diamètre qui sont traversés par les gaz du foyer. Ces gaz se rendent ensuite dans l'espace annulaire laissé entre les deux cylindres qu'ils parcourent et d'où ils sont extraits par un ventilateur qui assure ainsi le tirage du foyer.

La lie n'est jamais en contact avec les gaz du foyer. Celle-ci est introduite au moyen d'un alimentateur automatique (non indiqué sur la figure) et elle est amenée dans l'espace compris entre le faisceau tubulaire et le cylindre intérieur, dont les parois sont chauffées à 350 ou 400°. Ce cylindre renferme intérieurement dix-neuf spires de $0^m,35$ de pas et $0^m,25$ de hauteur et sur chaque tour de spire sont placés vingt-quatre escaliers pour assurer le mélange et l'agitation de la lie pendant son avancement qui se fait d'une manière régulière. De cette façon toutes les particules de lie subissent la même température, sans coup de feu possible, et font le même trajet dans le même temps.

Pour enlever les gaz fétides et les vapeurs qui se dégagent de la lie pendant sa torréfaction, on la

fait traverser par un courant d'air chaud qui vient ensuite se mélanger aux gaz du foyer au moment où ils s'échappent dans l'espace annulaire entre les deux cylindres.

La quantité d'air chaud introduit est réglable à volonté au moyen d'un registre. Cette quantité est relativement faible, puisqu'elle n'a pour but que d'emporter les vapeurs fétides, c'est pourquoi les pertes par entraînement des poussières ne sont pas à craindre.

Cet appareil, très ingénieux, est parfaitement étudié dans tous ses détails et répond entièrement au but proposé. Toutes ses parties métalliques en contact avec la lie sont recouvertes d'un fort émail qui résiste bien à la chaleur.

La Société d'études spéciales et d'installations industrielles construit divers modèles de ces appareils; celui de $1^{m},400$ de diamètre et 10 mètres de longueur peut donner un travail de 500 kilogrammes de lie torréfiée par heure.

En supposant les spires remplies aux trois quarts seulement pour éviter le déversement de la lie dans l'alvéole voisine, le torréfacteur contient environ 700 kilogrammes de lie dont le séjour dans l'appareil sera de :

$$\frac{700}{500} = 1^{h}\ 1/2 \text{ environ.}$$

Une spire correspond à :

$$\frac{700}{19} = 37 \text{ kilogrammes de lie,}$$

on devra donc développer :

$$\frac{500}{37} = 13,5 \text{ spires par heure.}$$

ce qui correspond à :

$$\frac{13,5}{60} \quad \frac{22}{100},$$

soit environ $\frac{1}{4}$ de tour de l appareil par minute

D'autres appareils rotatifs peuvent aussi s'adapter à la torréfaction de la lie et parmi ceux-ci nous citerons le séchoir à double circulation gazeuse de la maison G. Vernon (*fig.* 39 *bis* et 39 *ter*). Cet appareil se compose de deux tubes concentriques. La matière parcourt l'espace annulaire compris entre ces deux tubes et ne se trouve jamais au contact des gaz du foyer. Ceux-ci passent d'abord dans le tube central et chauffent ensuite le tube extérieur en se rendant dans la cheminée. Un courant d'air chaud

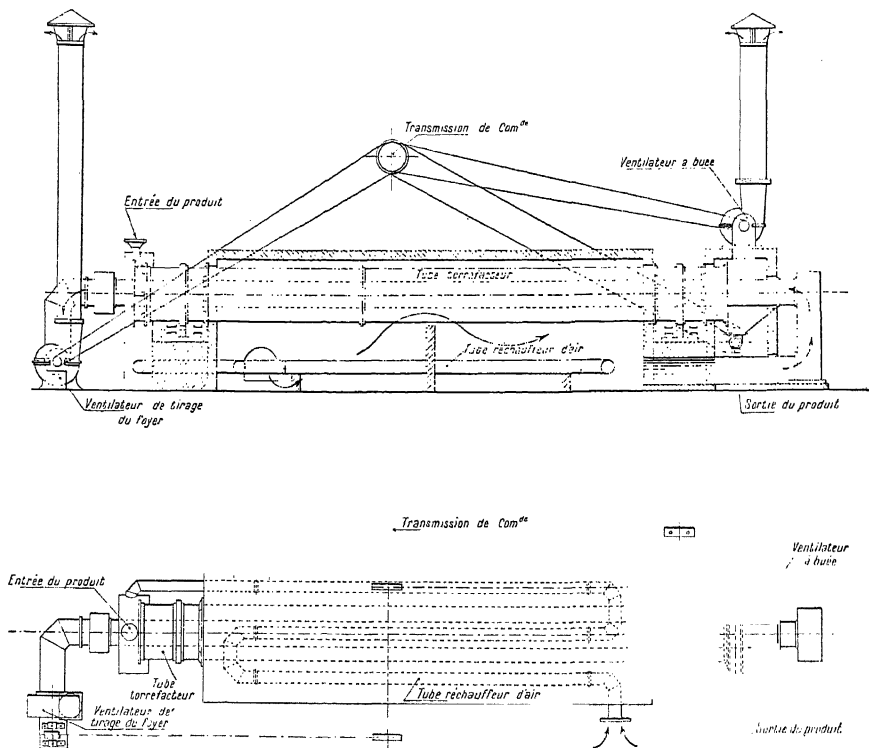



FIG. 39 *ter*. — Torréfacteur rotatif continu système Devaux.

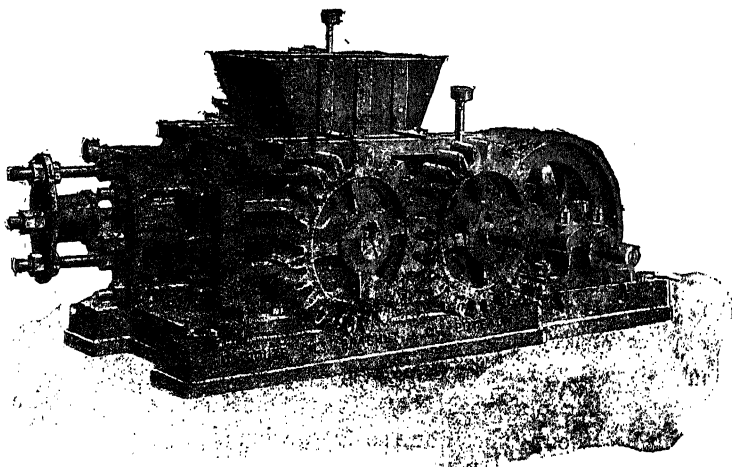



FIG. 40. — Broyeur à rouleaux pour lie à torréfier.

provenant d'un calorifère en fonte placé dans le foyer traverse la matière et emporterait les gaz fétides. Deux ventilateurs assurent cette double circulation gazeuse.

Evidemment l'application de cet appareil à la torréfaction de la lie exigerait de nombreuses modifications de détail pour qu'il rende les mêmes services que celui spécialement étudié par M. Dietrich que nous avons décrit ci-dessus.

Il n'est pas nécessaire que la lie à torréfier soit moulue finement ; mieux vaut la réduire en grains de la grosseur d'une lentille.

Nous avons obtenu de bons résultats avec un broyeur à rouleaux cannelés (*fig.* 40) de diamètre 160 millimètres, longueur 270 millimètres, qui granulait 400 kilogrammes de lie par heure avec une force motrice de 3 chevaux. La dépense en force motrice et main-d'œuvre s'élevait à 0 fr. 30 à 0 fr. 35 par 100 kilogrammes de lie moulue.

Dissolutions. — Les dissolveurs de la lie sont des appareils en cuivre rouge martelé capables de résister à une pression effective de 4 à 5 atmosphères. Ils sont de forme cylindrique, placés verticalement et reposent sur trois sommiers en fonte fixés sur le sol (*fig.* 41).

On introduit la lie par un gueulard de chargement muni d'un obturateur à vis de pression qui est placé sur la calotte supérieure de l'appareil. Un agitateur de cuivre composé de quatre palettes hélicoïdales maintenues par de fortes traverses agite, désagrège et broie la matière, ce qui facilite sa dissolution.

Une valve à double orifice distribue la vapeur simultanément à deux tuyaux qui débouchent à la partie inférieure des appareils. Entre cette valve et la prise de vapeur se trouve un clapet de retenue pour empêcher que le liquide de dissolution ne retourne aux chaudières si, pour une cause imprévue, la pression de la vapeur des chaudières venait à être inférieure à celle des dissolveurs.

Enfin une valve à grande section placée sous le fond des appareils permet d'envoyer la charge dans le filtre à pression.

Ces dissolveurs peuvent servir pour les cuites sous pression comme dans le système Dietrich employé dans la fabrication de l'acide tartrique. Dans ce cas, on introduit la lie telle qu'elle se trouve en commerce, c'est-à-dire de la grosseur d'une noix environ, sans qu'il soit nécessaire de la broyer ou de la concasser. L'agitateur emploie moins d'une heure pour réduire en pâte une charge de 1.000 kilogrammes de lie en morceaux.

La cuite sous pression demande au moins cinq à six heures pour que la coagulation des matières pectiques soit suffisante et permette une filtration convenable. Avec certaines lies espagnoles et malgré une cuite

de dix et même quinze heures, la filtration est pour ainsi dire impossible.

C'est pourquoi nous avons adopté la torréfaction des lies à sec, parce que les gommes et les matières albuminoïdes sont sûrement et complè-

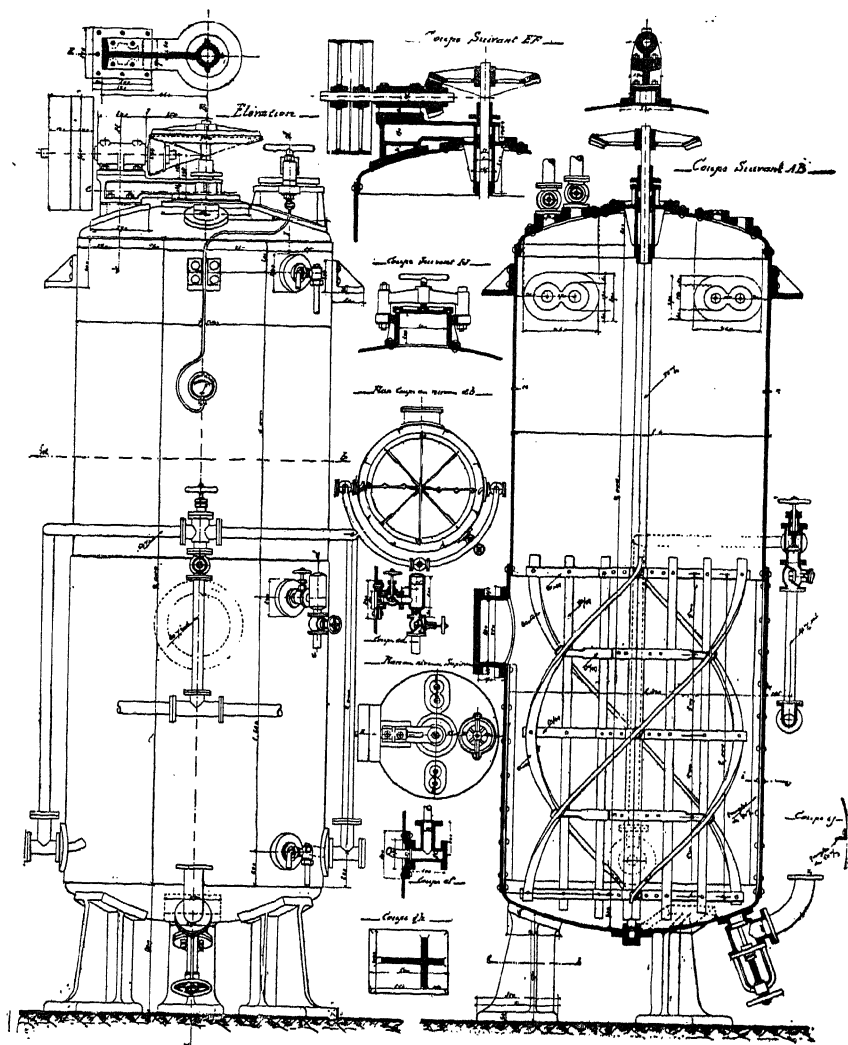



FIG. 41. — Dissolveur des lies.

tement détruites par l'action de la chaleur à sec, tandis qu'en dissolution elles ne subissent qu'une modification plus ou moins sensible selon leur nature et leur composition.

La charge que peut traiter un dissolveur sous pression varie, suivant

la richesse de la matière de 150 à 80 kilogrammes par mètre cube de capacité totale de l'appareil.

Les appareils de 1m,60 de diamètre et 3m,50 de hauteur traitant des

Fig. 42. — Dissolveur des blancs avec filtre.

lies à 30 0/0 de bitartrate sont chargés avec 1.000 kilogrammes de matière, tandis qu'avec des cristaux rouges à raffiner on les charge à 600 kilogrammes seulement. Ceci correspond à une dissolution de

70 grammes de bitartrate par litre avec les lies à 30 0/0 et 100 grammes avec les cristaux à raffiner en se servant des eaux-mères pour les dissolutions.

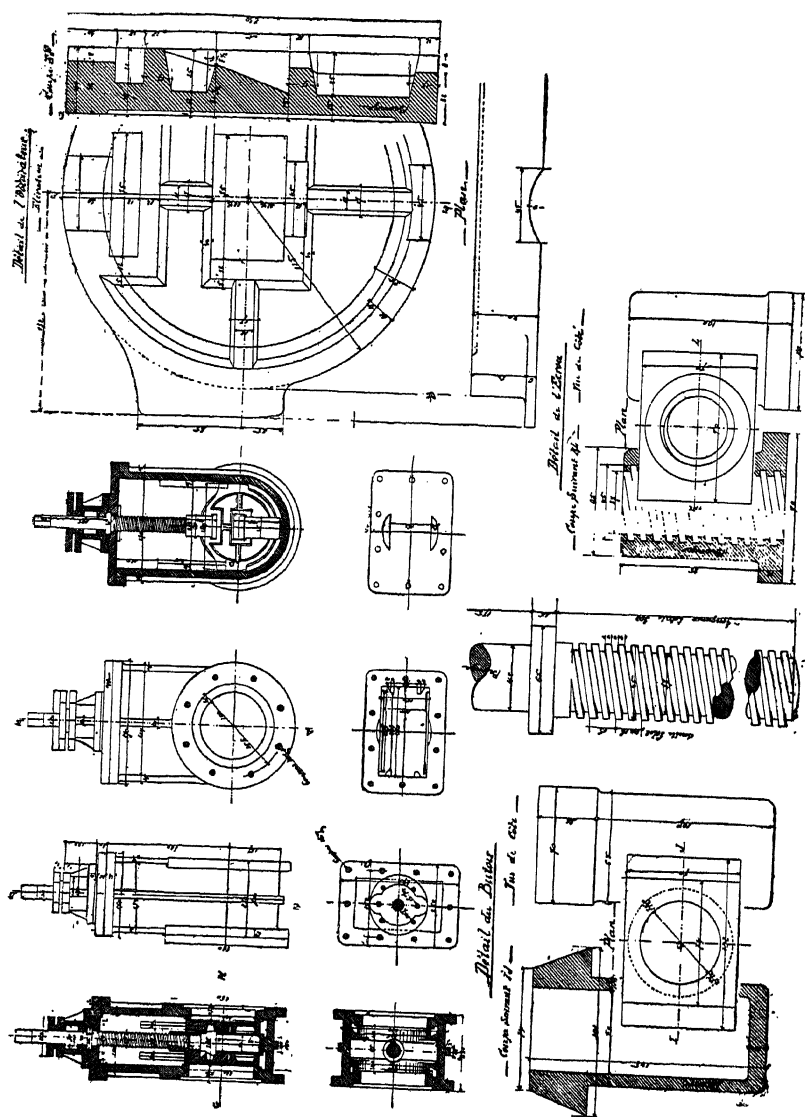



Fig. 43. — Dissolveur de la valve Peet de la trémie.

Les dissolveurs des blancs peuvent être semblables à ceux des rouges ; mais il est préférable de placer au-dessus du gueulard de chargement une trémie qui permette d'ajouter en marche soit du noir, soit un réactif, sans être obligé de tomber la pression de l'appareil.

Dans ce cas, l'obturateur à vis de pression est placé au sommet de la trémie et on ménage entre le gueulard de chargement et cette trémie une valve Peet qui sert à l'isoler ou à la mettre en communication avec l'intérieur de l'appareil. Une valve à double siège (*fig.* 44) permet d'évacuer la pression contenue dans la trémie lorsqu'elle est isolée de l'appareil.

FIG. 44. — Valve à double siège.

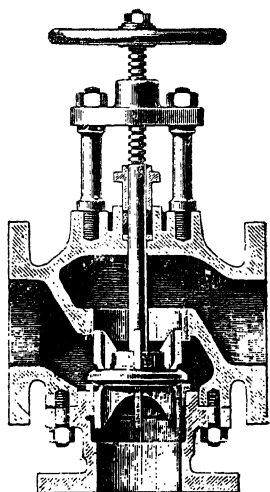
La trémie étant isolée, on ouvre l'obturateur et on verse la matière. On referme ensuite cet obturateur, on rétablit la communication de pression entre la trémie et l'appareil et finalement on rouvre la valve Peet qui laisse tomber dans l'appareil le contenu de la trémie.

Quelquefois (mais seulement pour des installations de faible importance) on adapte le filtre dans la partie inférieure du dissolveur des blancs (*fig.* 42). Cette disposition se prête très bien à la raffination directe des cristaux rouges dans les distilleries qui en produisent de petites quantités. Dans ce cas le travail est alternatif.

Pour une opération de 1.000 kilogrammes de lie à 30 0/0 de bitartrate dans un dissolveur de 1 mètre de diamètre et $3^m,50$ de hauteur, on met d'abord une hauteur de $2^m,15$, soit un volume de 4.300 litres d'eaux-mères. On laisse passer un petit filet de vapeur, on fait fonctionner l'agitateur et on verse la lie peu à peu par le gueulard de chargement. L'introduction de la lie dure une demi-heure environ; elle produit une augmentation du volume de la masse de 1.000 litres. On ferme le gueulard, on ouvre la vapeur en plein et bientôt la pression monte dans l'appareil. Si l'opération a été faite avec de la lie torréfiée, dès que la pression atteint 3 kilogrammes la dissolution est terminée et on peut envoyer au filtre. Si la lie n'a pas été préalablement torréfiée, on laisse sous pression jusqu'à ce qu'une prise d'échantillon filtré sur papier in dique que l'opération est au point voulu.

La condensation de vapeur est d'environ 1.000 litres pour une opération de lie. Cette valeur, que nous avons constamment trouvée en pratique, correspond d'ailleurs aux calculs.

Pour porter 4.300 litres d'eaux-mères prises à 25° à la température de 144° ou 3 atmosphères, avec de la vapeur à 165° ou 6 atmosphères effectives, le calcul donne :

$$Q = \frac{4300\,(144 - 25)}{606,5 + [0,305 \times (165 - 144)]} = 835 \text{ kilogrammes de vapeur.}$$

Pour porter à 144° les 1.000 kilogrammes de lie prise à 20°, en prenant 0,6 pour la capacité calorifique de la lie, on dépensera :

$$Q = \frac{1000 \times 0,6 \times (144 - 20)}{606,5 + [0,305 \times (165 - 144)]} = 120 \text{ kilogrammes de vapeur}$$

Si enfin, nous calculons la cóndensation par refroidissement de la

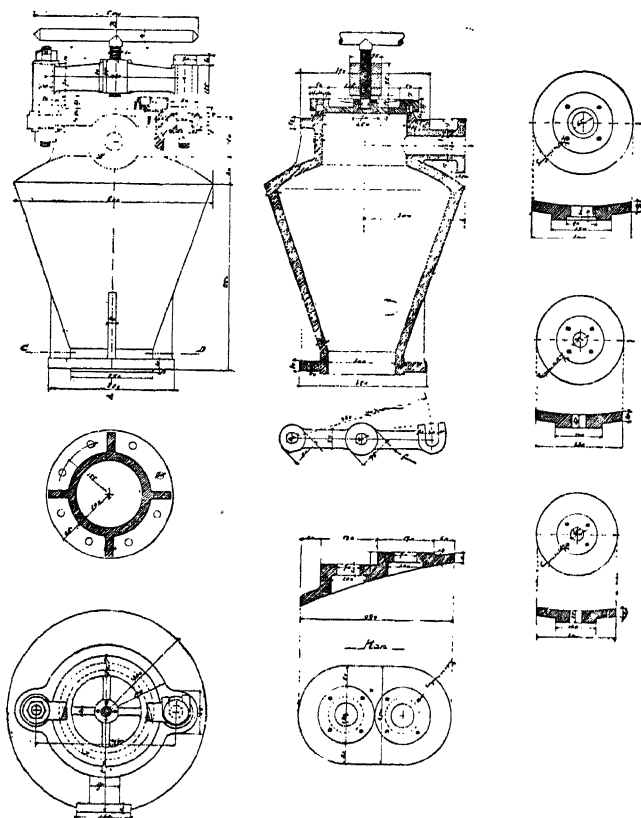



Fig. 45. — Détails des dissolveurs. Trémie de chargement.

paroi en admettant 12 calories par mètre carré, par heure et par chaque degré de différence entre les températures intérieure et extérieure, nous avons :

$$12 \times 18^{m^2} \times (144 - 25) = 25.700 \text{ calories,}$$

et, comme 1 kilogramme de vapeur à 6 atmosphères effectives contient :

$$606,5 + (0,305 \times 165) = 657 \text{ calories,}$$

la quantité d'eau condensée en une heure sera :

$$\frac{25\,700}{657} = 38 \text{ kilogrammes}$$

soit en totalité vapeur condensée :

$$835 + 120 + 38 = 993 \text{ kilogrammes, sensiblement } 1.000 \text{ kilogrammes.}$$

Une opération de lie à 30 0/0 de bitartrate dans un appareil de $1^m,600$ de diamètre et $3^m,500$ de hauteur peut se résumer ainsi :

Eau-mère...........................	V = 4.300 litres	H = $2^m,15$
Augmentation de volume par la charge.	V = 1.000 —	H = 0 50
Condensation de vapeur..............	V = 1.000 —	H = 0 50
Volume libre.........................	V = 700 —	H = 0 35
Volume total de l'appareil....	V = 7.000 litres	
Hauteur totale de la partie cylindrique........		H = $3^m,50$

La masse totale de la charge a un volume de 6.300 litres; le liquide seul égale 5.300 litres. Le poids de bitartrate pur introduit avec la lie est de 300 kilogrammes, celui introduit avec l'eau-mère est de

$$4\,300 \times 14\ 0/00 = 60 \text{ kilogrammes,}$$

soit :

$$\frac{360 \times 1\,000}{6\,300} = 68 \text{ grammes de bitartrate par litre.}$$

Le résumé d'une opération des blancs faite dans un appareil semblable avec 600 kilogrammes de bitartrate humide à 10 0/0 d'eau est le suivant :

Eau-mère...........................	V = 5.000 litres	H = $2^m,50$
Augmentation de volume par la charge.	V = 200 —	H = 0 10
Condensation de vapeur..............	V = 700 —	H = 0 35
Volume libre.........................	V = 1.100 —	H = 0 55
Volume total de l'appareil....	V = 7.000 litres	
Hauteur totale de la partie cylindrique..........		H = $3^m,50$

La masse totale de la charge a un volume de 5.900 litres; le liquide seul égale 5.720 litres. Le poids de bitartrate pur et sec est de 540 kilogrammes Celui introduit avec l'eau-mère est :

$$5\,000 \times 12\ 0/00 = 60 \text{ kilogrammes,}$$

soit en totalité 600 kilogrammes. Et la dissolution est de :

$$\frac{600 \times 1000}{5700} = 105 \text{ grammes par litre.}$$

L'acide sulfurique nécessaire pour purger les liquides du tartrate de chaux qu'ils contiennent se met dans les opérations des rouges et non dans les blancs. Les cristaux rouges obtenus sont presque purs, légèrement colorés et d'un raffinage très facile.

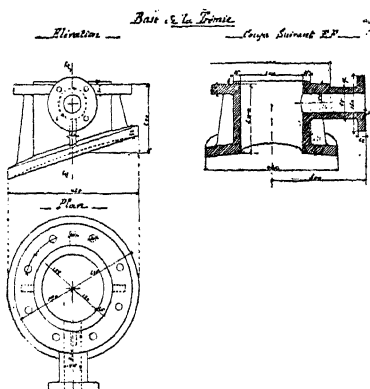



FIG. 46. — Détails des dissolveurs.

L'agitateur marche à une vitesse de 20 tours par minute. La force motrice absorbée pour une opération des rouges atteint 4 chevaux pendant le chargement des lies en morceaux et descend ensuite à 2 chevaux pendant que s'opère la dissolution et la filtration. Dans l'opération des blancs, la force motrice est constante à 2 chevaux.

Traitement des lies par le bisulfate. — Ces dissolveurs s'adaptent parfaitement au traitement des lies qui contiennent partiellement ou en totalité leur acide tartrique à l'état de tartrate de chaux. On verse tout l'acide sulfurique nécessaire à la réaction après qu'on a introduit la moitié de la lie. Quand on a mis le restant de la lie, on ajoute le sulfate de potassium et on fait l'opération exactement comme avec les matières ne contenant que du bitartrate. Avec un excès de réactif de 5 0/0 seulement et malgré le titre élevé de la solution qui atteint 60 à 70 grammes de bitartrate transformé par litre, nous avons constamment obtenu la réaction complète et les tourteaux épuisés à l'eau n'ont plus révélé de trace d'acide tartrique.

Le sulfate de calcium produit par la réaction n'occasionne aucun inconvénient puisqu'il est retenu dans le filtre avec le tourteau.

Le tableau suivant donne les proportions que nous avons toujours adoptées pour la conversion du tartrate dans ces appareils. Ces chiffres représentent les valeurs théoriques augmentées d'un excès de 5 0/0 qu'il ne convient pas de dépasser. Avec des eaux-mères de deuxième tour, on supprime cet excès et on est souvent obligé, avec celles de troisième tour, de diminuer de 5 0/0 la quantité théorique.

QUANTITÉS DE SULFATE DE POTASSIUM ET D'ACIDE SULFURIQUE A EMPLOYER POUR LE TRAITEMENT DE 100 KILOGRAMMES DE LIE SABLONNEUSE POUR TRANSFORMER SON TARTRATE DE CALCIUM EN BITARTRATE DE POTASSIUM

Acide tartrique 0/0 dans la lie à transformer	Sulfate de potassium à 90 0/0	ACIDE SULFURIQUE EN KILOGRAMMES							ACIDE SULFURIQUE EN LITRES						
		66°	65°	64°	62°	60°	58°	56°	66°	65°	64°	62°	60°	58°	56°
15	102	52	58	60	63	66	70	73	28	32	34	36	39	42	45
15,5	106	54	60	62	65	68	73	76	29	33	35	37	41	44	47
16	109	56	62	64	67	70	75	78	30	34	36	38	42	45	48
16,5	113	58	64	66	69	73	77	81	31	35	37	40	43	47	50
17	116	59	66	68	71	75	79	83	32	36	38	41	44	48	51
17,5	119	61	68	70	74	77	82	86	33	37	40	42	46	49	53
18	122	62	70	72	76	79	84	88	34	38	41	43	47	50	54
18,5	126	64	72	74	78	82	87	90	35	39	42	45	49	52	56
19	129	66	73	76	80	84	89	92	35	40	43	46	50	53	57
19,5	133	68	75	78	82	86	91	95	36	42	44	47	51	55	59
20	136	69	77	80	84	88	93	97	37	43	45	48	52	56	60
20,5	140	71	79	82	86	90	96	100	38	44	46	50	54	58	62
21	143	73	81	84	88	92	98	102	39	45	47	51	55	59	63
21,5	147	75	83	86	90	95	101	105	40	46	48	52	56	61	65
22	150	76	85	88	92	97	103	107	41	47	49	53	57	62	66
22,5	154	78	87	90	95	99	105	110	42	48	50	54	59	64	68
23	157	80	89	92	97	101	107	112	43	49	51	55	60	65	69
23,5	160	82	91	94	99	104	110	115	44	50	52	57	62	66	71
24	163	83	93	96	101	106	112	117	45	51	53	58	63	67	72
24,5	167	85	95	98	103	108	115	120	46	52	54	59	64	69	74
25	170	87	97	100	105	110	117	122	47	53	56	60	65	70	75
25,5	174	89	99	102	107	112	119	124	48	54	58	62	67	72	77
26	177	90	101	104	109	114	121	126	48	55	59	63	68	73	78
26,5	181	92	103	106	111	116	124	129	49	56	60	64	69	75	80
27	184	94	104	108	113	118	126	131	50	57	61	65	70	76	81
27,5	187	96	106	110	116	121	129	134	51	59	62	66	72	78	83
28	190	97	108	112	118	123	131	136	52	60	63	67	73	79	84
28,5	194	99	110	114	120	125	133	139	53	62	65	69	75	80	86
29	197	101	112	116	122	127	135	141	54	63	66	70	76	81	87
29,5	201	103	114	118	124	130	138	144	55	64	67	71	77	83	89
30	204	104	116	120	126	132	140	146	56	65	68	72	78	84	90
0,1	0,7	0,35	0,38	0,4	0,42	0,44	0,46	0,49	0,19	0,21	0,23	0,24	0,26	0,28	0,3

DIMENSIONS ET RENDEMENT DES DISSOLVEURS

	Volume total de l'appareil	Volume de la masse d'une opération	Poids d'une charge de matière brute	Volume d'eaux-mères à 12 0/00 à employer	Volume de vapeur condensée pendant l'opération	Volume total de liquide d'une opération	Bitartrate dissous en grammes par litre	Rendement en bitartrate par opération	Production de bitartrate par 24 heures
APPAREIL N° 1 — Diamètre = 1m,200; Hauteur = 3m,250	lit.	lit.	kg	lit.	lit.	lit.	gr.	kg	kg
Matière à 30 0/0 de bitartrate......	3.675	3.275	600	2.230	520	2.750	75	180	700
— 40 —			485	2.320	490	2.810	78	194	750
— 50 —			415	2.410	460	2.870	82	208	800
— 60 —			370	2.490	440	2.930	86	222	850
— 70 —			340	2.570	420	2.990	90	238	900
— 80 —			320	2.650	400	3.050	94	256	950
— 90 —			305	2.750	380	3.130	98	274	1.000
— 95 —			300	2.800	370	3.170	100	285	1.050
APPAREIL N° 2 — Diamètre = 1m,200; Hauteur = 3m,500									
Matière à 30 0/0 de bitartrate......	3.950	3.550	650	2.430	560	2.990	75	195	750
— 40 —			520	2.520	530	3.050	78	208	800
— 50 —			450	2.610	500	3.110	82	225	850
— 60 —			410	2.710	470	3.180	86	246	900
— 70 —			370	2.790	450	3.240	90	259	950
— 80 —			345	2.880	430	3.310	94	276	1.000
— 90 —			330	2.960	410	3.370	98	297	1.050
— 95 —			325	3.050	400	3.450	100	309	1.100
APPAREIL N° 3 — Diamètre = 1m,300; Hauteur = 3m,250									
Matière à 30 0/0 de bitartrate......	4.325	3.860	700	2.580	640	3.220	74	225	850
— 40 —			570	2.700	600	3.300	78	252	900
— 50 —			490	2.810	570	3.380	82	265	950
— 60 —			440	2.915	540	3.455	86	285	1.000
— 70 —			400	3.010	510	3.520	90	308	1.050
— 80 —			380	3.120	480	3.600	94	328	1.100
— 90 —			360	3.220	450	3.670	98	351	1.250
— 95 —			350	3.270	430	3.700	100	361	1.300
APPAREIL N° 4 — Diamètre = 1m,300; Hauteur = 3m,500									
Matière à 30 0/0 de bitartrate......	4.650	4.185	750	2.830	680	3.510	74	225	900
— 40 —			630	2.950	640	3.590	78	252	950
— 50 —			530	3.060	610	3.670	82	265	1.000
— 60 —			475	3.170	580	3.750	86	285	1.050
— 70 —			440	3.280	550	3.830	90	308	1.100
— 80 —			410	3.390	520	3.910	94	328	1.200
— 90 —			390	3.495	490	3.985	98	351	1.300
— 95 —			380	3.550	470	4.020	100	361	1.350
APPAREIL N° 5 — Diamètre = 1m,400; Hauteur = 3m,500									
Matière à 30 0/0 de bitartrate......	5.450	4.910	860	3.400	760	4.160	72	258	950
— 40 —			720	3.530	720	4.250	77	288	1.000
— 50 —			620	3.650	680	4.330	82	310	1.100
— 60 —			560	3.770	650	4.420	86	336	1.200
— 70 —			520	3.890	620	4.510	90	364	1.300
— 80 —			480	4.010	590	4.600	94	384	1.400
— 90 —			460	4.130	560	4.690	98	410	1.500
— 95 —			445	4.180	540	4.720	100	422	1.550

DIMENSIONS ET RENDEMENT DES DISSOLVEURS (*Suite*)

	Volume total de l'appareil	Volume de la masse d'une opération	Poids d'une charge de matière brute	Volume d'eaux-mères à 12 0/00 à employer	Volume de vapeur condensée pendant l'opération	Volume total de liquide d'une opération	Bitartrate dissous en grammes par litre	Rendement en bitartrate par opération	Production de bitartrate par 24 heures
APPAREIL N° 6 Diamètre = 1m,400; Hauteur = 3m,750	lit.	lit.	kg	lit.	lit.	lit.	gr.	kg	kg
Matière à 30 0/0 de bitartrate......	5.775	5.235	920	3.620	810	4.430	72	276	1.000
— 40 —			760	3.750	770	4.520	77	304	1.100
— 50 —			670	3.880	730	4.610	82	335	1.200
— 60 —			600	4.010	690	4.700	86	360	1.300
— 70 —			550	4.140	650	4.790	90	385	1.400
— 80 —			515	4.270	620	4.890	94	412	1.500
— 90 —			490	4.400	590	4.990	98	441	1.600
— 95 —			480	4.470	580	5.050	100	456	1.700
APPAREIL N° 7 Diamètre = 1m,500; Hauteur = 3m,500									
Matière à 30 0/0 de bitartrate......	6.175	5.360	950	3.860	860	4.720	70	285	1.000
— 40 —			800	4.010	820	4.830	75	320	1.100
— 50 —			700	4.160	780	4.940	80	350	1.200
— 60 —			630	4.300	740	5.040	85	378	1.350
— 70 —			590	4.440	700	5.140	90	413	1.500
— 80 —			550	4.570	660	5.230	94	440	1 600
— 90 —			520	4.700	630	5.330	98	468	1.700
— 95 —			500	4.750	610	5.360	100	475	1.800
APPAREIL N° 8 Diamètre = 1m,500; Hauteur = 3m,750									
Matière à 30 0/0 de bitartrate......	6.625	6.000	1.000	4.210	900	5.110	70	300	1.100
— 40 —			850	4.350	860	5.220	75	340	1.200
— 50 —			750	4.510	820	5.330	80	375	1.300
— 60 —			680	4.650	780	5.430	85	408	1.450
— 70 —			630	4.800	740	5.540	90	441	1 600
— 80 —			590	4.930	710	5.640	94	472	1.700
— 90 —			560	5.050	680	5.730	98	504	1.800
— 95 —			545	5.100	660	5.760	100	518	1.900
APPAREIL N° 9 Diamètre = 1m,600; Hauteur = 3m,500									
Matière à 30 0/0 de bitartrate......	7.000	6.300	1.050	4.500	900	5.400	68	315	1.200
— 40 —			880	4.630	870	5.500	74	352	1.300
— 50 —			790	4.760	840	5.600	80	400	1.500
— 60 —			710	4.890	810	5.700	85	426	1.600
— 70 —			660	5.020	780	5.800	90	462	1.700
— 80 —			620	5.150	750	5.900	94	496	1.800
— 90 —			585	5.280	720	6.000	98	526	1.900
— 95 —			570	5.330	720	6.050	100	541	2.000
APPAREIL N° 10 Diamètre = 1m,600; Hauteur = 4m,000									
Matière à 30 0/0 de bitartrate......	8.000	7.300	1.200	5.100	1.100	6.200	68	360	1.300
— 40 —			1.000	5.270	1.050	6.320	74	400	1.450
— 50 —			900	5.450	1.000	6.450	80	450	1.600
— 60 —			820	5.610	960	6.570	85	492	1.800
— 70 —			760	5.770	920	6.690	90	532	1.950
— 80 —			710	5.920	880	6.800	94	568	2.100
— 90 —			680	6.100	840	6.940	98	612	2.200
— 95 —			660	6.200	820	7.020	100	627	2.300

Ces chiffres de production des appareils dissolveurs sont des moyennes qui peuvent varier notablement selon la qualité des lies et leur degré de torréfaction. Ils peuvent pourtant être considérés comme plutôt inférieurs à la normale.

Les produits à 30 0/0 et 40 0/0 se rapportent à des lies entièrement ou partiellement sablonneuses et devant être traitées par le bisulfate de potasse ; c'est pourquoi nous avons diminué le degré de solution du bitartrate dans la liqueur, car le sulfate de chaux retarde la filtration.

Avec des lies exclusivement crémeuses, la charge des matières pourra être augmentée de 10 0/0 sans inconvénient.

Toutes les parties des dissolveurs et de leur agitateur en contact avec le liquide sont de cuivre ou de bronze.

Filtres. — Les filtres à bitartrate sont entièrement en cuivre, sauf les portes de déchargement du tourteau qui sont en fonte avec la face intérieure doublée de cuivre.

Les plaques filtrantes sont en cinq ou six pièces suivant le diamètre du filtre ; elles reposent sur un cercle à profil d'équerre rivé contre la paroi de l'appareil et sont en outre supportées par trois cercles concentriques fixés sur le fond. La partie inférieure de ces cercles est dentelée pour laisser le libre passage au liquide filtré qui vient s'écouler par le centre. Les toiles qui nous ont donné de bons résultats pour ces filtres sont celles en fort tissu de coton croisé, ou même simplement les toiles à voile en deux épaisseurs. Ces toiles sont bordées par une bande de caoutchouc de 3 millimètres d'épaisseur sur laquelle on place un cercle en cuivre en deux ou trois pièces maintenu et pressé par des coins en cuivre qui assurent un joint étanche.

Les filtres pour les rouges (*fig.* 47) sont pourvus intérieurement d'une espèce de râteau que l'on peut abaisser ou remonter à volonté. Ce râteau creuse dans la masse du tourteau une série de sillons qui facilitent le passage du liquide pendant la filtration. Dans les filtres des blancs (*fig.* 48) ce râteau n'est pas nécessaire puisque le tourteau n'est formé que d'une faible couche de noir et des impuretés légères apportées par le bitartrate rouge. Mais la disposition des toiles filtrantes est la même que celle des rouges.

Les portes de déchargement des filtres sont rectangulaires et serrées par de fortes traverses à vis de pression. Le joint est fait au moyen d'un encadrement en caoutchouc de section carrée logé dans une gorge.

Avant d'envoyer la charge du dissolveur dans le filtre, on doit avoir la précaution de chauffer celui-ci. On laisse donc passer un léger filet de vapeur qui sort de la tubulure d'écoulement à l'état d'eau condensée, puis à l'état de vapeur quand le filtre est suffisamment chaud.

POIDS DES DISSOLVEURS

	Nº 1 $d = 1,20$ $h = 3,25$	Nº 2 $d = 1,20$ $h = 3,50$	Nº 3 $d = 1,30$ $h = 3,25$	Nº 4 $d = 1,30$ $h = 3,50$	Nº 5 $d = 1,40$ $h = 3,50$	Nº 6 $d = 1,40$ $h = 3,75$	Nº 7 $d = 1,50$ $h = 3,50$	Nº 8 $d = 1,50$ $h = 3,75$	Nº 9 $d = 1,60$ $h = 3,50$	Nº 10 $d = 1,60$ $h = 4$
Epais^r des parois et des fonds ayant un rayon de courbure = diamètre de l'appareil....................	8^mm	8^mm	9^mm	9^mm	10^mm	10^mm	11^mm	11^mm	12^mm	12^mm
Dimensions de l'agitateur — Arbre carré..........	50^mm	52^mm	52^mm	54^mm	54^mm	56^mm	54^mm	56^mm	55^mm	58^mm
Spires..............	52 × 12	52 × 12	55 × 12	55 × 12	58 × 12	58 × 14	60 × 12	60 × 14	60 × 15	60 × 16
Barreaux et traverses	42 × 12	42 × 12	45 × 12	45 × 12	48 × 12	48 × 14	50 × 12	50 × 14	50 × 15	50 × 16
Poids des appareils avec leur agitateur cuivre et bronze............	1.500^kg	1.600^kg	1.800^kg	1.900^kg	2.300^kg	2.500^kg	2.800^kg	2.900^kg	3.300^kg	3.600^kg
Poids arbre et mouvement.........	200	200	200	200	220	220	240	240	260	260
Poids des bossages, trémie, gueulard, équerres fonte............	660	660	680	680	700	700	720	720	740	740
Poids des valves fonte et bronze....	300	300	325	325	325	325	350	350	350	350
Poids des pieds ou base fonte.....	600	600	650	650	700	700	700	700	750	750

Pendant ce chauffage, on doit laisser les robinets de niveau ouverts pour éviter que des coups de vide se soulèvent et déchirent les toiles filtrantes.

Roux

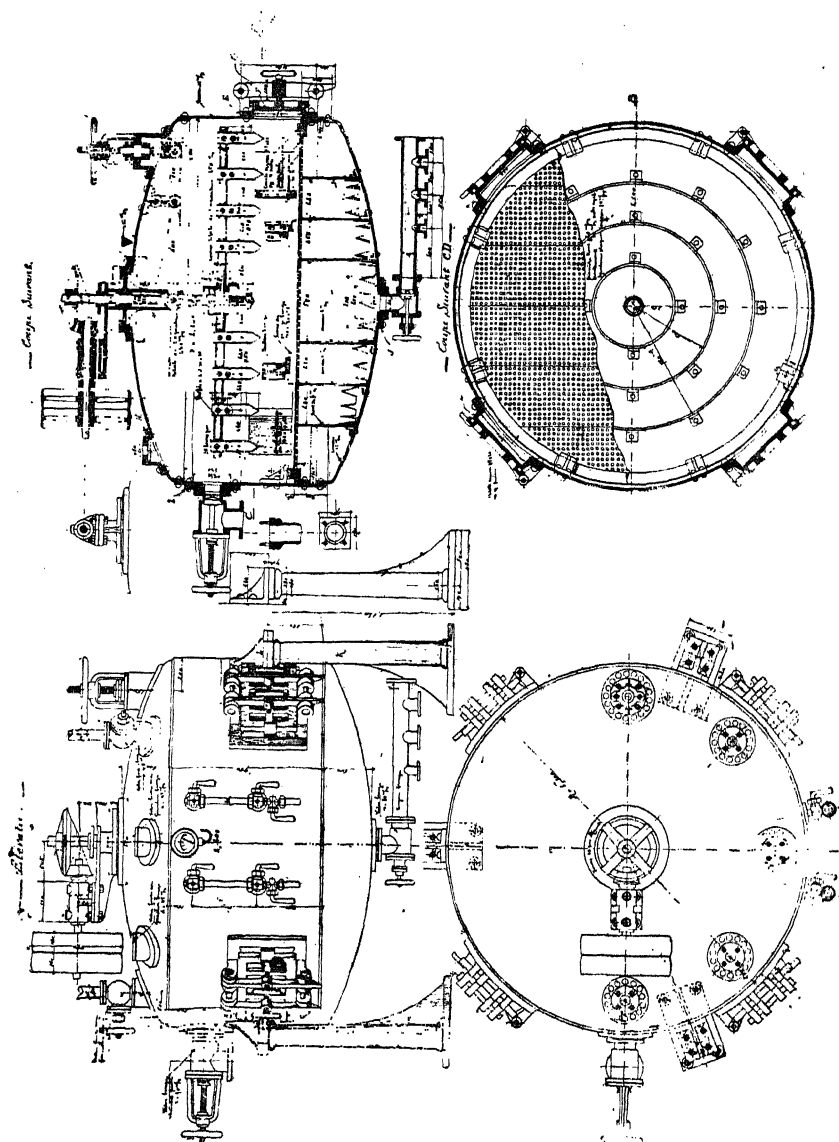
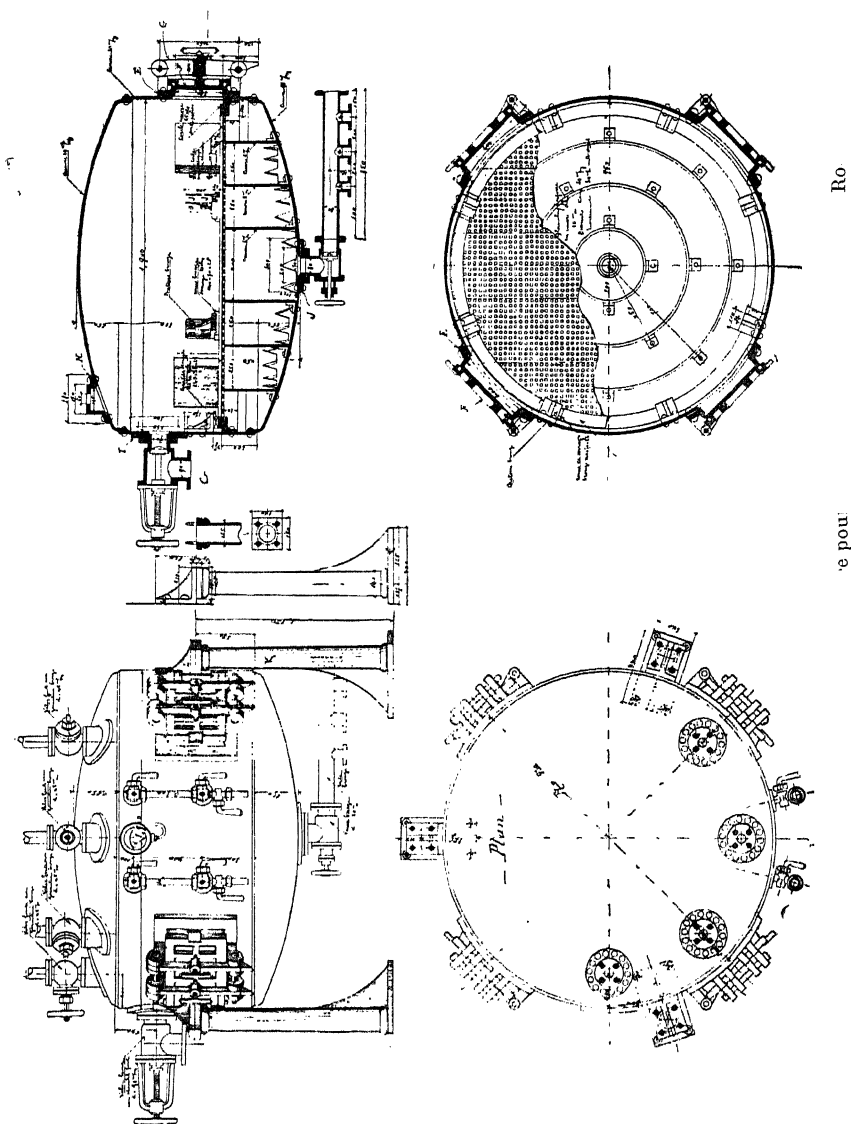



Fig. 47. — Filtre pour les rouges.

Quand la filtration des rouges est terminée, on lave le tourteau d'abord avec de l'eau-mère et ensuite avec l'eau pure jusqu'à son épuisement. Il n'est pas nécessaire d'enlever la pression du filtre pour faire ces lavages ; on se sert simplement d'une pompe à vapeur Worthing-

ton. Les eaux devant servir au lavage du tourteau sont employées chaudes ; on les chauffe en se servant des échappements de pression des dissolveurs et des filtres.

Une opération au dissolveur avec une charge de 1.000 kilogrammes de lie donne un tourteau de $0^{m},300$ d'épaisseur dans un filtre de $2^{m},200$ de diamètre, soit un volume de 1.100 litres environ pesant 1.200 kilogrammes avec 28 à 30 0/0 d'eau.

On retire d'une charge semblable 5.000 litres liquide filtré de la dissolution première, plus 1.500 litres d'eau de lavage forte contenant plus de 20 0/00 de bitartrate et 1.000 litres d'eau faible au-dessous de 20 0/00, plus l'égouttage. L'eau provenant de la condensation de la vapeur par refroidissement de la surface du filtre est d'environ 35 kilogrammes par heure.

Fig. 49. — Portes de déchargement.

Pour des charges de lie de 600, 800 et 1.000 kilogrammes et au-dessus, on prend des filtres avec agitateur ayant respectivement $1^m,800$, 2 mètres et $2^m,200$ de diamètre.

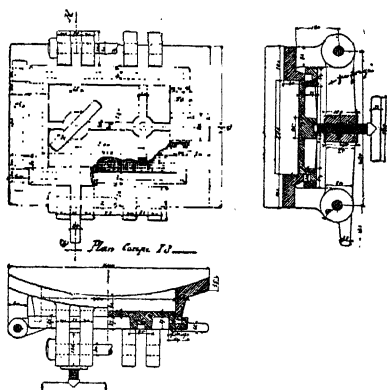
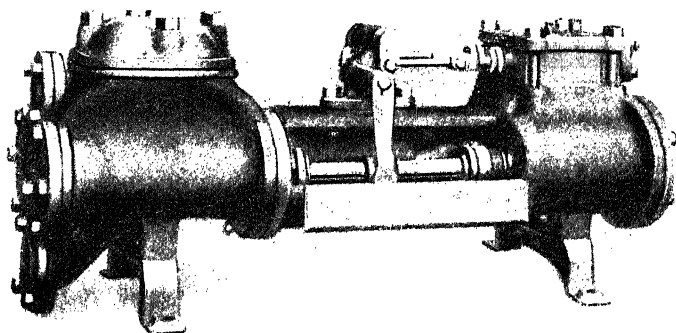



Fig. 50. — Pompe à vapeur pour lavages de filtres.

Le poids total des filtres en cuivre sans agitateur est le suivant :

Diamètre	Hauteur	Poids
$1^m,600$	$0^m,800$	2.350^{kg}
1 700	0 800	2.500
1 800	0 800	2.650
1 900	0 800	2.840
2 000	0 900	3.100
2 100	0 950	3.400
2 200	0 950	3.760

L'agitateur avec son mouvement pour un appareil du diamètre de $1^m,800$ pèse 300^{kg}

— — — — 2 000 — 330

— — — — 2 200 — 360

Ces filtres sont entièrement en cuivre, mais on pourrait les faire, de même que les dissolveurs, en partie en fonte émaillée qui serait inattaquable aux liquides acides.

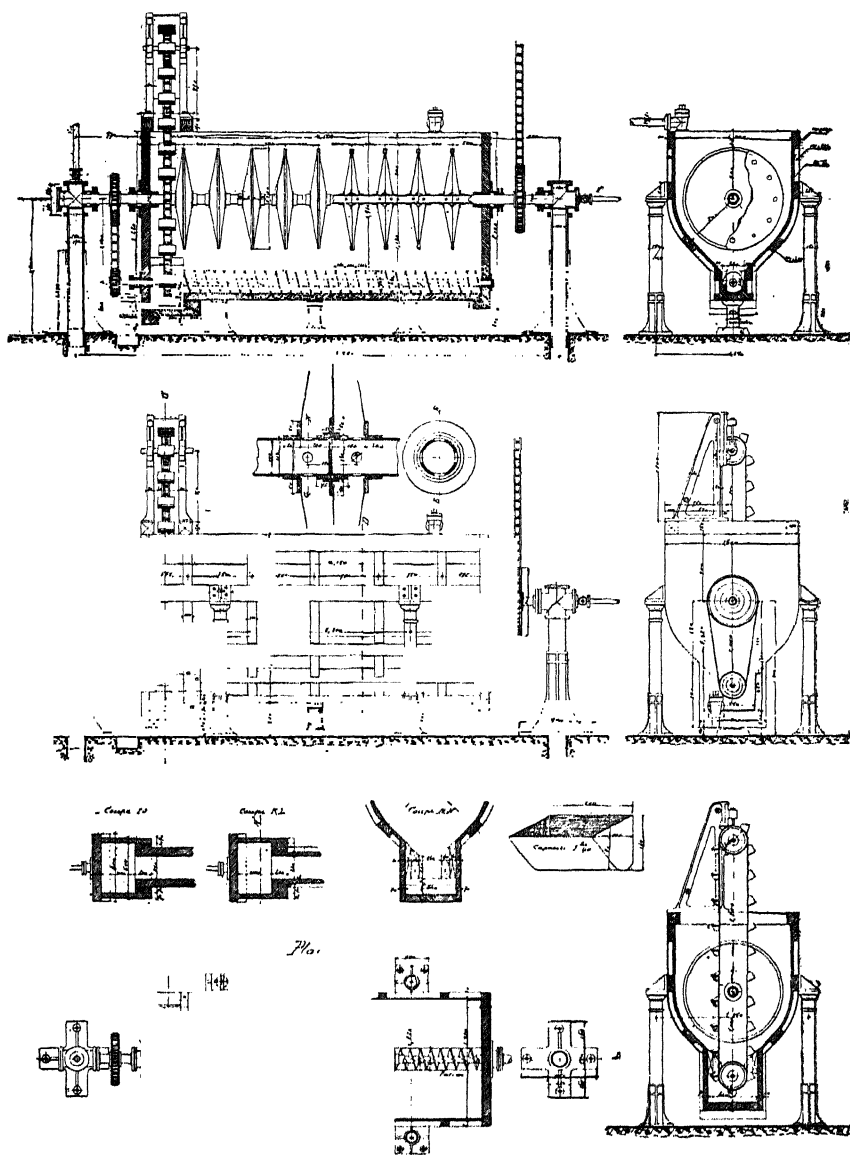



Fig. 51. — Refroidisseur à lentilles.

Refroidisseurs. — a) *Refroidisseur à lentilles pour les rouges.* — Le refroidisseur à lentilles a une longueur de 4 mètres; il est en bois

doublé de cuivre de $0^{mm},6$, son volume total libre est de 7.000 litres. Il renferme huit lentilles de $1^{m},200$ de diamètre en cuivre de $0^{mm},75$ d'épaisseur montées sur un arbre creux en bronze.

Un élévateur avec godets de 1 litre de capacité chacun permet de monter le bitartrate à l'étage supérieur au fur et à mesure de sa précipitation.

Les vitesses des divers organes sont les suivantes :

Lentilles..................	13 tours par minute	Puissance	$6^{ch},5$
Vis sans fin...............	32 —	—	1
Élévateur, développement..	$2^{m},50$ par minute	—	1

La force totale est d'environ 3 chevaux en pleine marche. Une charge de 1.000 kilogrammes de lie du dissolveur filtrée et lavée, donne un volume total de 6.500 litres de liquides à refroidir. Un appareil ayant les dimensions ci-dessus emploie cinq heures pour opérer le refroidissement. Pour des installations de faible importance, on pourrait employer un refroidisseur semblable à celui que nous avons adopté pour les blancs et que nous décrivons ci-après.

On doit compter pratiquement, pour refroidir une opération du filtre dans un refroidisseur à lentilles, un volume d'eau double de celui du liquide à refroidir.

b) *Refroidisseur vertical pour les blancs.* — L'appareil à lentilles que nous venons de décrire pourrait servir aussi bien pour les blancs que pour les rouges puisque les deux opérations sont semblables; mais nous avons préféré adopter pour les blancs un système plus simple, d'un rendement moindre il est vrai, mais qui écarte la possibilité de la contamination métallique du bitartrate blanc.

Les refroidisseurs des blancs sont constitués par deux cuves concentriques. La cuve intérieure, en fonte émaillée intérieurement, reçoit le liquide filtré; elle est munie d'un agitateur en bois, et son fond, de forme tronconique, porte trois portes à vis servant pour le déchargement du bitartrate précipité.

La cuve extérieure est simplement de fer. Dans l'espace annulaire compris entre ces deux cuves, on établit une circulation continue d'eau froide.

Les dimensions de ces refroidisseurs sont calculées pour pouvoir traiter des volumes de 3.000 à 4.000 litres de liquide filtré, ce qui exige deux opérations aux refroidisseurs pour une seule filtration. Un refroidisseur de 3.750 litres utiles et 4.100 litres de volume total emploie trois heures et demie à quatre heures pour le refroidissement d'une charge. La force motrice est de 1 et demi cheval-vapeur. La quantité

d'eau pratiquement nécessaire pour le refroidissement d'une opération est de trois fois le volume du liquide venant du filtre.

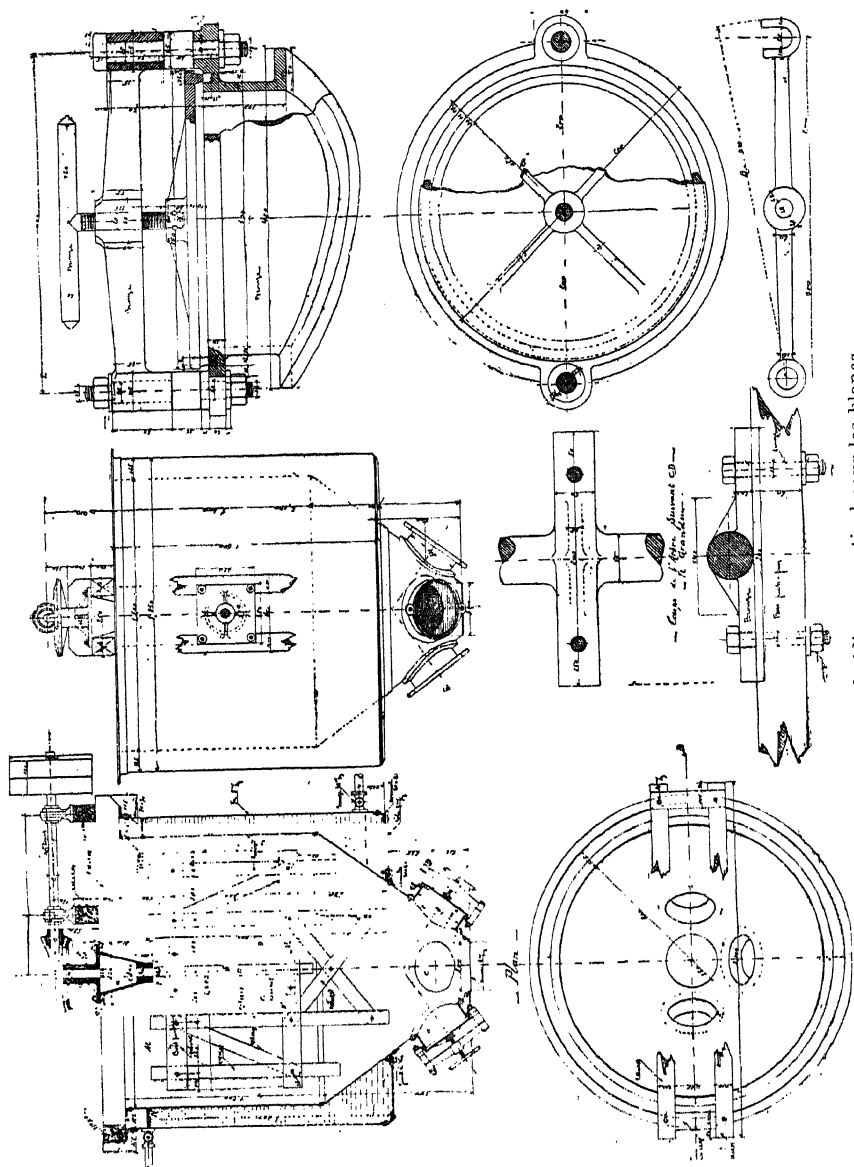



FIG. 52. — Refroidisseur vertical pour les blancs.

Séchage et emballage du bitartrate. — Le bitartrate obtenu avec les appareils que nous venons de décrire titre 99° à 99°,5 de pureté, mais il est dans un état cristallin extrêmement fin qui rend son séchage à la

turbine presque impossible. On se contente donc de faire un simple essorage qui laisse environ 15 0/0 d'eau et on fait le séchage à l'air chaud dans un appareil tournant du système Poncet émaillé intérieurement.

La forme ténue du bitartrate ne permet pas son broyage dans les meules de la Ferté. On se sert des moulins Alsing à galets et garniture intérieure en silex auxquels on adjoint un blutoir avec soie gaze de Zurich. Un moulin Alsing ayant pour dimensions intérieures 1 mètre de diamètre et $0^{m},900$ de largeur, faisant 40 tours par minute, emploie trois heures, compris le chargement et le déchargement, pour réduire en pou-

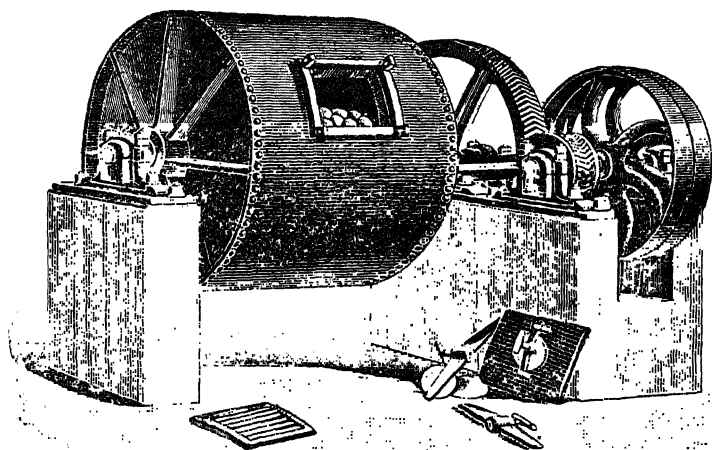



Fig. 53. — Moulin Alsing pour bitartrate.

dre une charge de 250 kilogrammes de bitartrate fin. Le refus du blutoir est d'environ 30-35 kilogrammes. La production nette est donc de :

$$\frac{215}{3} = 70 \text{ kilogrammes par heure.}$$

La force motrice pour actionner ce moulin est pratiquement de 5 chevaux-vapeur.

Pour une fabrication de grande importance, on choisira de préférence un tube broyeur continu avec galets et garniture intérieure de silex, comme dans le broyeur Alsing. On y ajoutera un ou deux planchisters et une vis sans fin pour remonter le refus des planchisters dans la trémie d'alimentation du tube.

Ensembles d'installations. — La figure 54 représente une installation faite en Espagne pour un fonctionnement avec cuite des lies sous

pression. Mais, étant donné les lies de très mauvaise qualité que l'on avait dans la région, cette disposition a été ensuite complétée par l'installation d'un torréfacteur à lie sèche.

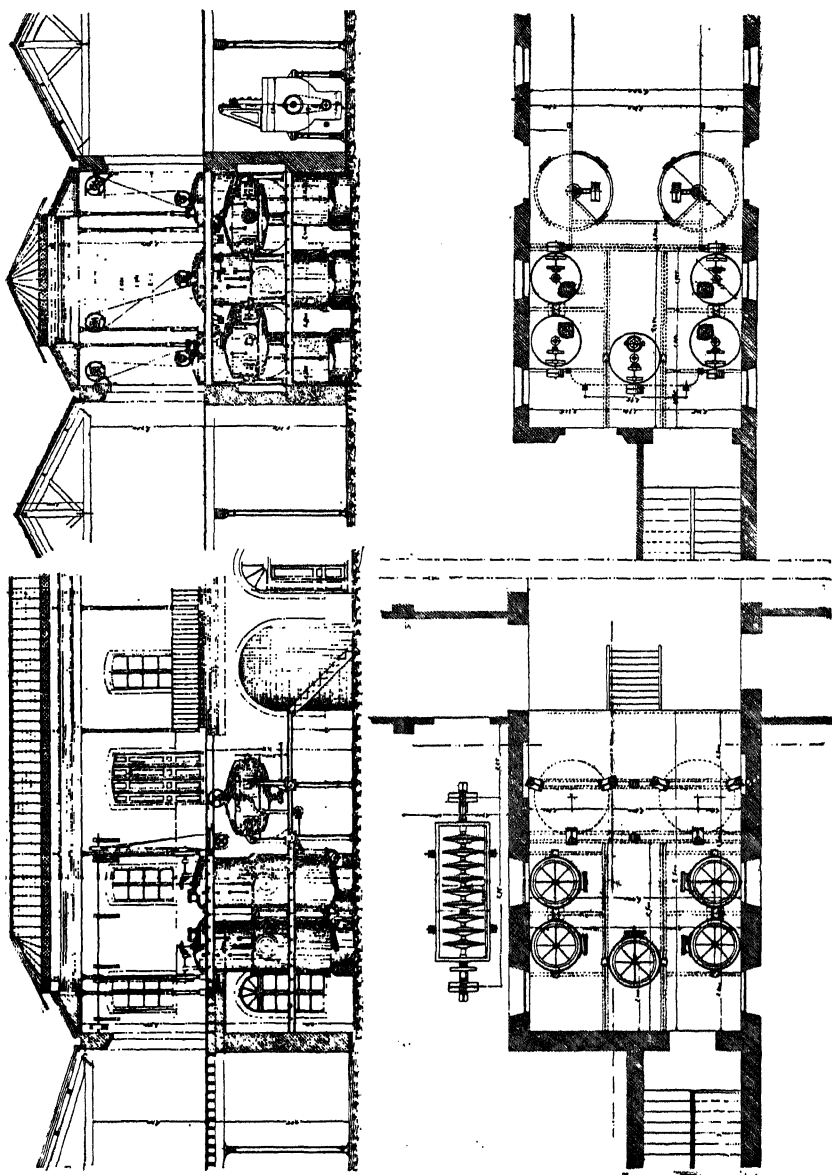



FIG. 54. — Ensemble d'une installation à Malaga (Espagne).

Les filtres des blancs sont logés dans la partie inférieure des dissolveurs des blancs (voir *fig.* 42). Les liquides filtrés rouges sont refroidis

dans les appareils à lentilles (*fig.* 51), les blancs sont refroidis dans les appareils concentriques (*fig.* 52).

La figure 55 représente une installation annexée à une distillerie du Piémont.

Cette installation comprend deux dissolveurs et deux filtres. En travaillant comme matières premières des mélanges de limo et de lies, un

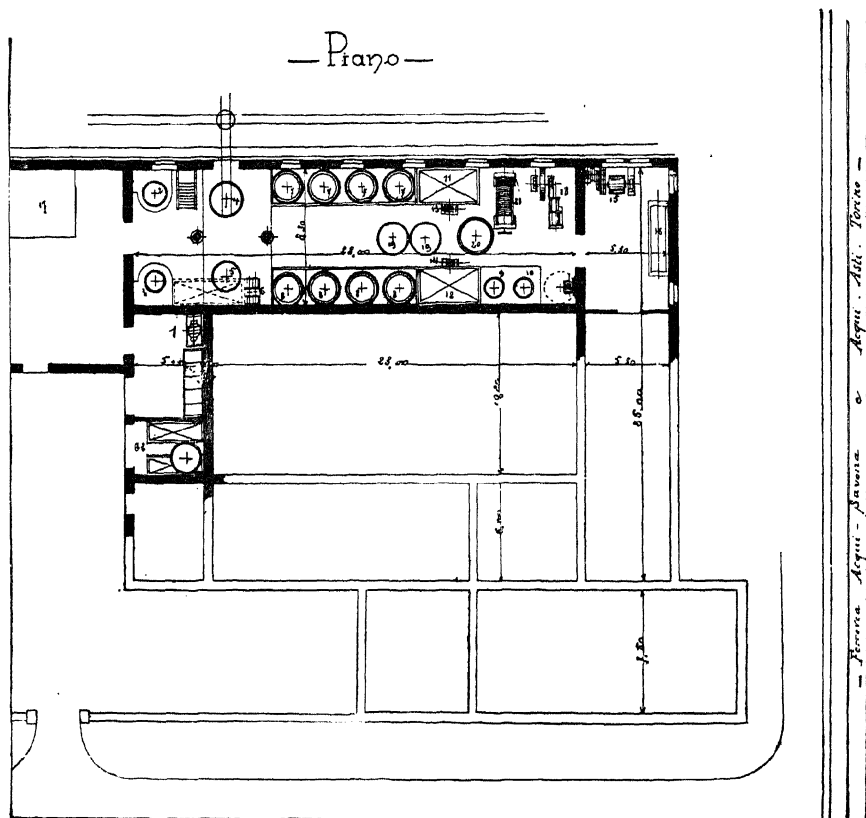



Fig. 55. — Ensemble d'une installation en Piémont.

dissolveur sert pour les rouges et l'autre pour les blancs, et la production de crème varie de 500 à 1.000 kilogrammes par jour suivant que le travail est de douze ou de vingt-quatre heures.

Si on traite exclusivement des cristaux rouges, les deux dissolveurs avec leur filtre respectif travailleront pour la raffination directe et la production journalière de crème s'élèvera à 1.000 ou 2.000 kilogrammes.

Pour réduire le plus possible les dépenses d'installation, nous avons fait les refroidisseurs sans dispositif de circulation d'eau de refroidisse-

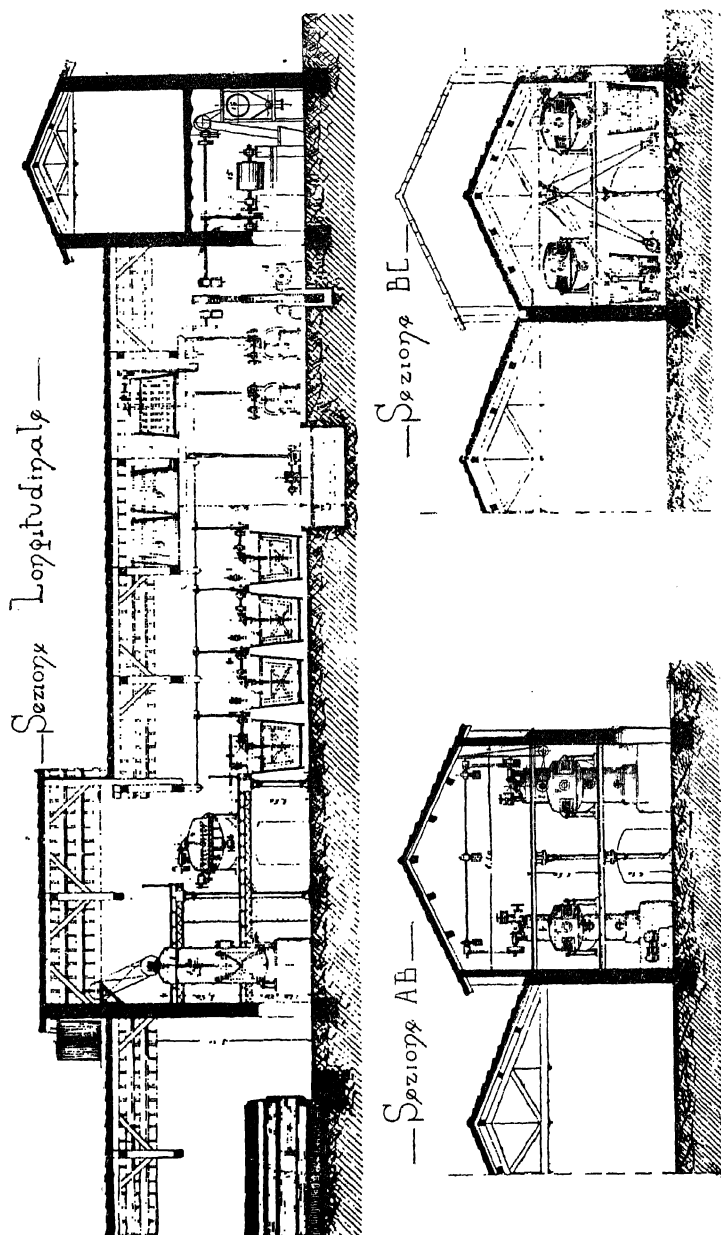



FIG. 56. — Ensemble d'une installation en Piémont.

U. Roux.

ment. Ces refroidisseurs sont constitués simplement par des cuves en bois munies d'un agitateur également en bois qui produit la cristallisation en mouvement. Cette disposition rend nécessaire un plus grand nombre d'éléments, mais on peut s'en accommoder pour une petite installation.

CHAPITRE III

PROJET D'INSTALLATION D'UNE FABRIQUE PAR LE PROCÉDÉ MÉCANIQUE POUR UNE PRODUCTION MENSUELLE DE 100-120 TONNES DE CRÈME DE TARTRE.

(*Fig.* 57 *et* 58.)

Les matières premières employées seront composées d'un mélange de lies et de tartre formant un ensemble à 40 0/0 de bitartrate.

On retirera d'abord un bitartrate rouge qui sera ensuite raffiné. L'ensemble du travail sera continu, de jour et de nuit.

CALCUL DES APPAREILS

Torréfacteurs des lies. — Pour une production journalière de 4.000 kilogrammes de bitartrate, on devra employer :

$$\frac{4.000}{0,40} = 10.000 \text{ kilogrammes de matière première à 40 0/0,}$$

mais nous compterons sur 12.000 kilogrammes.

Nous prendrons deux torréfacteurs de 1^{m},400 de diamètre et 10 mètres de longueur qui torréfieront chacun 500 kilogrammes de lie par heure. Ces appareils, du type de la Société d'études spéciales et d'installations industrielles de Paris, seront émaillés intérieurement. La matière sera concassée avant son traitement au moyen de deux broyeurs à rouleaux cannelés de 160 millimètres de diamètre et 270 millimètres de longueur

Dissolveurs. — Nous adopterons, tant pour les rouges que pour les blancs, le modèle n° 10 de 1^{m},600 de diamètre et 4 mètres de hauteur, volume 8.000 litres. D'après le tableau de la page 186 (*Dimensions et rendement des dissolveurs*), un appareil de ces dimensions, chargé avec 1.000 kilogrammes de matières brutes à 40 0/0 par opération, correspondra

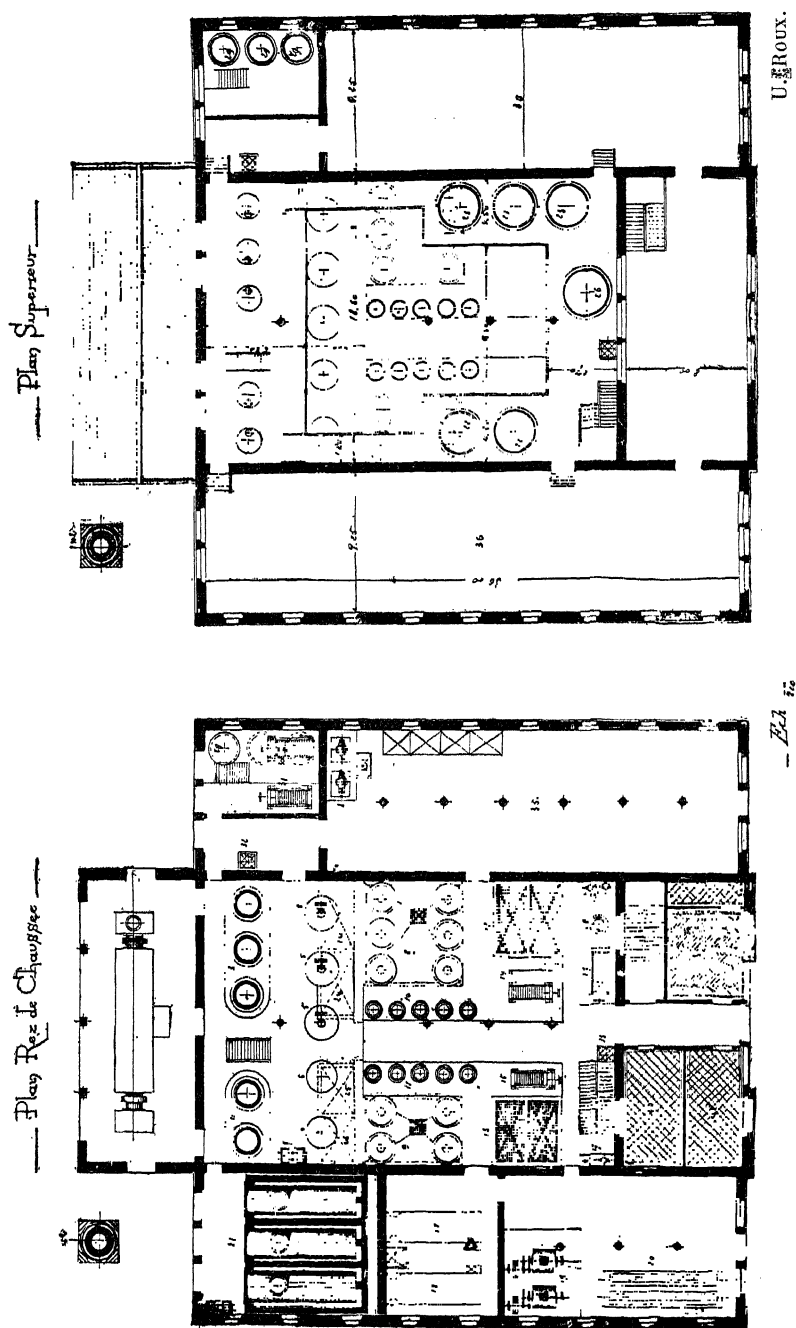



Fig. 57. — Projet de fabrique pour une production mensuelle de 100/120 tonnes crème de tartre par le procédé mécanique.

à une production minimum de 1.450 kilogrammes de bitartrate en vingt-quatre heures. Nous prendrons par conséquent trois dissolveurs n° 10 qui donneront ensemble environ 4.500 kilogrammes de bitartrate rouge. On fera à chaque dissolveur quatre opérations par vingt-quatre heures.

En adoptant pour les blancs le même type n° 10, la production d'un

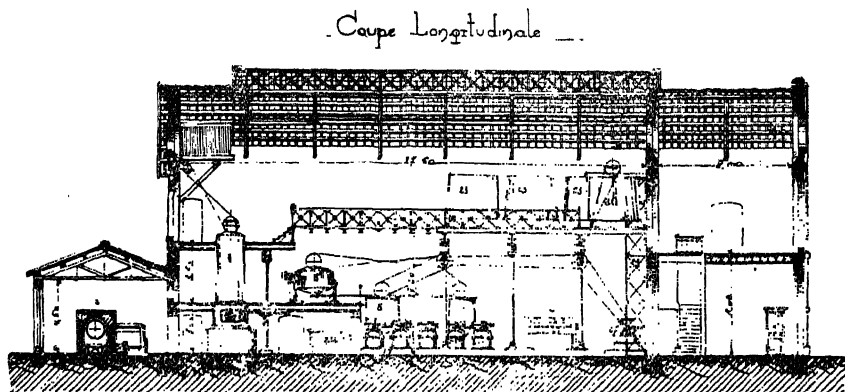
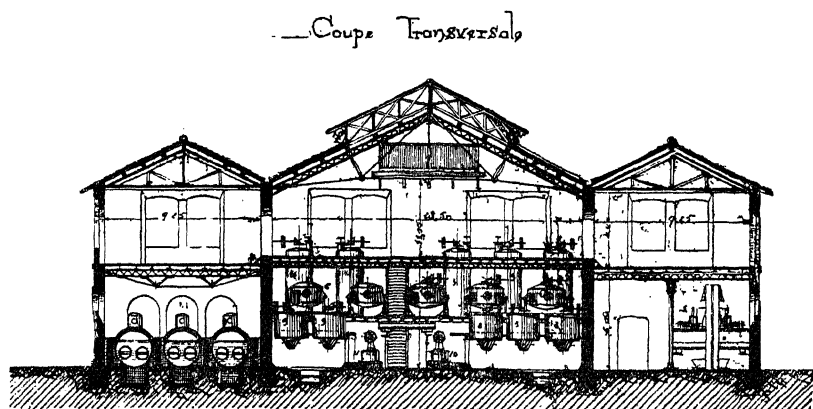
Coupe Transversale

Roux.

Fig. 58. — **Projet de fabrique de 100/120 tonnes par le procédé mécanique.**

appareil traitant le bitartrate rouge à 95 0/0 sera de 2.300 kilogrammes.

Nous prendrons par conséquent deux dissolveurs semblables pour les blancs, qui feront chacun deux opérations journalières.

Total, cinq dissolveurs.

Filtres. — Nous en mettrons autant que de dissolveurs, soit trois pour les rouges et deux pour les blancs. Les filtres des rouges auront un dia-

mètre de 2m,200 et seront munis d'un agitateur à râteau. Ceux des blancs auront un diamètre de 2 mètres sans agitateur. Pour le lavage du tourteau des filtres rouges, nous prendrons une pompe à vapeur Worthington ayant pour dimensions :

Diamètre des pistons à vapeur.............	229mm
Diamètre des pistons à eau................	133
Course des pistons........................	254

Pour filtrer une opération des rouges, on emploie deux heures et demie; le lavage et l'épuisement du tourteau prennent une heure et demie, et deux heures l'enlèvement du tourteau et le changement de la toile, soit au total six heures pour une opération.

Refroidisseurs. — Nous adopterons tant pour les rouges que pour les blancs les refroidisseurs verticaux à cuve extérieure de fer et cuve intérieure de fonte émaillée. Nous les ferons de la capacité d'une demi-charge, soit 4.000 litres, et, comme le temps pour refroidir et décharger est, pour cette capacité, de six heures, c'est-à-dire de la même durée d'une filtration, nous fixerons le nombre de refroidisseurs, le double de celui des filtres, soit six refroidisseurs pour les rouges, quatre pour les blancs, plus quatre de rechange pour faciliter le travail.

Essoreuses ou turbines centrifuges. — Elles auront un panier de 0m,800 de diamètre.

Le bitartrate rouge est lavé et essoré avant son raffinage. Le même traitement est fait au bitartrate blanc avant son séchage. Une turbinée correspond à 50 kilogrammes de bitartrate sec et demande une heure. Une turbine lavera et essorera 1.100 kilogrammes de bitartrate par journée de vingt-deux heures, et nous fixerons le nombre des turbines à quatre pour le bitartrate rouge et quatre pour le bitartrate blanc, plus deux de rechange.

Séchoir du bitartrate. — Système Perrier, à air chaud, de la Société d'études spéciales et d'installations industrielles ; diamètre, 0m,600 ; longueur, 7 mètres. Émaillé entièrement à l'intérieur.

Moulin Alsing. — Nous avons reconnu pratiquement qu'un moulin de 1 mètre de diamètre et 0m,900 de largeur, volume 0m3,700, réduisait en impalpable 70 kilogrammes de bitartrate précipité par heure, soit un volume de 10 litres de l'appareil pour 1 kilogramme de bitartrate.

Le travail de la mouture se fera de jour seulement. Les appareils devront moudre un minimum de 400 kilogrammes à l'heure. Nous prendrons deux moulins de 1m,500 de diamètre et 1m,500 de largeur,

volume 2^{m3},6, qui pourraient fournir chacun 260 kilogrammes par heure.

Nous leur adjoindrons deux blutoirs de 1 mètre de diamètre inscrit et 5 mètres de longueur.

Saturation. — Nous aurons à saturer l'excédent de liquide fourni par les lavages des tourteaux et du bitartrate et par les condensations de vapeur.

Pour laver le bitartrate, on emploie un volume d'eau égal à celui du produit. Le volume du lavage à l'eau pure est de 1.000 litres par filtration des rouges. L'excédent de liquide sera par vingt-quatre heures de :

Vapeur condensée des 12 opérations des rouges :	12 × 1.050 =	12.600 litres
— — 8 — blancs :	8 × 820 =	6.560 »
Lavage à l'eau pure des 12 filtrations rouges :	12 × 1.000 =	12.000 »
Divers		3.840 »
Excédent de liquide à saturer journellement		35.000 litres

Nous prendrons un saturateur de diamètre inférieur 3^m,400, diamètre supérieur 3 mètres, hauteur 2^m,400, volume 19.000 litres, et on fera deux saturations par jour qui donneront environ 400 kilogrammes de tartrate de chaux sec. Deux filtrations avec un filtre-presse de 0^m,800 à vingt-cinq cadres suffiront pour séparer et laver le tartrate.

Noir. — Nous devons prévoir une consommation de 250 kilogrammes maximum de noir lavé en pâte. Nous prendrons trois cuves de diamètre inférieur 2^m,100, diamètre supérieur 1^m,900, hauteur 1^m,300, traitant en une opération 700 kilogrammes de noir en poudre et rendant 500 kilogrammes de noir en poudre avec une durée de traitement de cinq jours. De plus :

Un saturateur à phosphate (diamètre inférieur 2^m,500, diamètre supérieur 2^m,150, hauteur 1^m,600, volume 8.500 litres) en bois doublé de plomb ;

Deux filtres à noir de 0^m,800 avec vingt-quatre chambres ;

et un filtre semblable pour le phosphate.

Eau. — La quantité d'eau nécessaire par vingt-quatre heures sera :

Chaudières à vapeur pour les chauffages (non compris la force motrice)	35.000^{kg}
Lavages des filtres et divers	20.000
Refroidisseurs, 20 opérations de 4.000 litres, liquide filtré	240.000
Turbines	10.000
Divers services	95.000
	400.000^{kg}

soit par jour 400 mètres cubes ou 18 mètres cubes par heure.

Nous prendrons deux pompes Greindl n° 2 du débit de 300 litres par minute, une servant de rechange.

Générateurs de vapeur. — Vapeur totale à produire par vingt-quatre heures :

Vapeur pour opérations des rouges :	$12 \times 1.050 =$	12.600kg
— — blancs :	$8 \times 820 =$	6.560
Condensation aux filtres		3.000
Épuration du noir animal		1.200
Pompe alimentaire, condensation, tuyautages		2.000
Divers et imprévus		9.640
Total		35.000kg

Soit par heure :

$$\frac{35.000}{24} = 1.500 \text{ kilogrammes;}$$

nous compterons sur 1.700 kilogrammes.

En admettant une vaporisation moyenne de 15 kilogrammes par mètre carré et par heure, la surface de chauffe totale sera :

$$\frac{1.700}{15} = 120 \text{ mètres carrés environ,}$$

et nous adopterons deux chaudières de 60 mètres carrés chacune pour le service, plus une de rechange.

Type Cornouailles à deux foyers intérieurs ayant pour dimensions : diamètre, 2 mètres ; longueur, $7^{m},500$.

La pompe alimentaire Worthington aura pour dimensions :

Diamètre des cylindres à vapeur	133mm
— — à eau	89
Course des pistons	127

d'une puissance 4 fois supérieure aux besoins.

Cheminée. — En comptant sur une vaporisation de 8 kilogrammes d'eau par kilogramme de charbon, la consommation totale de charbon par heure sera de :

$$\frac{1700}{8} = 220 \text{ kilogrammes environ ;}$$

en se fixant la hauteur à 30 mètres, nous aurons pour la section au sommet :

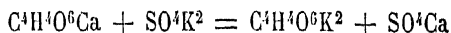
$$S = 1,87 \times \frac{220}{\sqrt{30}} = 74^{dm^2},8,$$

soit un diamètre de $0^{m},98$ que nous porterons à 1 mètre.

CINQUIÈME PARTIE

AUTRES PROCÉDÉS D'EXTRACTION DE LA CRÈME DE TARTRE

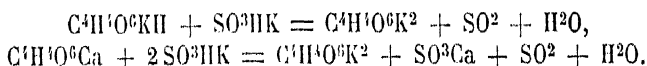
a) **Procédé Martigner** [1]. — Le principe de cette méthode est le suivant : On neutralise d'abord les matières tartreuses par le carbonate de calcium. On traite ensuite le tartrate de calcium formé par une solution concentrée (saturée) de sulfate de potassium :

$$C^4H^4O^6Ca + SO^4K^2 = C^4H^4O^6K^2 + SO^4Ca$$

Cette réaction s'effectue de préférence à froid car, bien qu'étant plus lente, elle donne des produits moins colorés.

On décolore ensuite la solution de tartrate neutre obtenu et, après filtration, on traite, par une quantité calculée d'acide sulfurique, le bitartrate de potassium précipité.

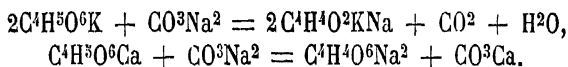
On peut employer un mélange de sulfate de potassium et de sulfate de sodium. On obtient un tartrate double de potassium et de sodium $C^4H^4O^6KNa$ (sel de Seignette) plus soluble.

b) **Procédé de Coninck et Nicolas** [2]. — Ce procédé consiste à dissoudre à chaud le tartre dans une solution de bisulfite de potassium. On a les réactions suivantes :

$$C^4H^4O^6KH + SO^3HK = C^4H^4O^6K^2 + SO^2 + H^2O,$$
$$C^4H^4O^6Ca + 2SO^3HK = C^4H^4O^6K^2 + SO^3Ca + SO^2 + H^2O.$$

On filtre, laisse refroidir et traite la solution froide de tartrate neutre de potassium par le gaz sulfureux produit dans une autre opération. Il se précipite de la crème de tartre et le bisulfite est régénéré.

[1] Brevet français, 23 novembre 1889.
[2] Brevet français, 504.500, 13 octobre 1900.

c) **Procédé Baldy** [1]. — On fait macérer quatre à cinq jours les tartres ou les marcs dans une solution concentrée de carbonate de sodium ou de potassium. Avec le carbonate de sodium on a les réactions suivantes :

$$2C^4H^5O^6K + CO^3Na^2 = 2C^4H^4O^2KNa + CO^2 + H^2O,$$
$$C^4H^5O^6Ca + CO^3Na^2 = C^4H^4O^6Na^2 + CO^3Ca.$$

On filtre pour éliminer le carbonate de chaux formé et l'insoluble. La solution claire est traitée par une quantité calculée d'acide sulfurique pour obtenir les tartrates acides de potassium et de sodium. Le tartrate acide de sodium est transformé en crème de tartre par action du chlorure de potassium.

Si l'on avait pris au début du carbonate de potassium, cette opération serait supprimée.

d) **Procédé de la Tartar Chemical Cie** [2]. — Consiste à traiter la substance renfermant le bitartrate par une solution d'acétate de potassium à haute température, le bitartrate passe en solution sous forme de tartrate mixte sodique en milieu acétique. On filtre et laisse refroidir, le bitartrate se dépose par refroidissement.

e) **Procédé Gladysz** (Br. français, 420.620, du 12 mars 1915). — Le principe de ce procédé consiste à préparer une crème mixte sodique.

Purification. — On peut purifier la crème de tartre en la traitant par une solution ammoniacale. Le tartrate de calcium insoluble est séparé par filtration. On ajoute ensuite à la solution claire une quantité calculée d'acide chlorhydrique qui remet en liberté le bitartrate. Celui-ci précipite.

[1] Brevet français, 306.839, janvier 1901.
[2] Brevet américain, 1.120.839 du 15 novembre 1914 (*Moniteur Quesneville*, mars 1915, p. 21).

LIVRE II

ACIDE TARTRIQUE

PREMIÈRE PARTIE

CHAPITRE PREMIER

PROPRIÉTÉS DE L'ACIDE TARTRIQUE

Caractères chimiques. — Il existe quatre acides correspondant à la formule $C^4H^6O^6$, ce sont : l'acide tartrique droit, l'acide tartrique gauche, l'acide racémique (mélange des deux précédents) et l'acide inactif, qui diffère essentiellement du précédent en ce qu'il ne peut être dédoublé en acide droit et gauche. Pasteur l'a obtenu, mélangé au racémique en chauffant l'acide droit ou gauche avec de la cinchonine [1]. Par ébullition prolongée de l'acide droit dans de l'eau aiguisée d'acide chlorhydrique il se produit un peu d'acide inactif [2].

Les réactions chimiques de ces quatre acides sont en général identiques; ils ne diffèrent que par certains caractères physiques : forme cristalline, pouvoir rotatoire, solubilité, etc.

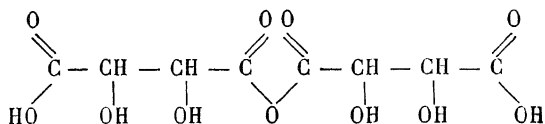
L'acide tartrique ordinaire et industriel dont nous nous occupons est l'acide tartrique droit. C'est un biacide qui cristallise en forme oblique, en gros cristaux rhomboïdaux transparents et anhydres, pourvus de facettes hémiédriques très développées.

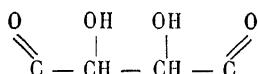
Chauffé à 135°, cet acide fond sans laisser de résidu; en élevant la température, il se modifie successivement en acide racémique, acide tartrique gauche et acide inactif.

Chauffé au-dessus de 170°, il perd une demi-molécule d'eau en se

(1) PASTEUR, *Comptes Rendus*, 36, p. 162.
(2) DESSARQUES) *Comptes Rendus*, 42, p. 494.

transformant en acide ditartrique ou acide tartrylique :

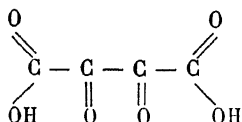
```
 O                    O O                    O
  \\                 // \\                  //
   C — CH — CH — C       C — CH — CH — C
  /     |      |       \   /     |      |       \
HO     OH     OH        O       OH     OH       OH
```

puis en anhydride tartrique :

```
O      OH    OH      O
 \\     |     |     //
  C — CH — CH — C
```

poudre blanche insoluble dans l'eau.

Chauffé entre 250 et 300°, il se décompose en donnant de l'anhydride carbonique, de l'eau, de l'oxyde de carbone, de l'acétone, de l'aldéhyde acétique qui se dégagent et un résidu constitué par acide pyrotartrique, etc. A plus haute température la masse charbonne et répand une odeur de sucre brûlé.

D'après Jungfleisch, il se produit de l'acide inactif quand on chauffe longtemps une liqueur d'acide tartrique à la température de 50°.

Les corps oxydants décomposent l'acide tartrique et le transforment en acide dioxytartrique :

```
 O                 O
  \\              //
   C — C — C — C
  /    ||   ||    \
OH     O    O     OH
```

en acide tartronique, puis en acide oxalique. La potasse fondante produit à la fois l'acide oxalique et l'acide acétique. Le bioxyde de manganèse ou le bichromate sulfurique donnent de l'acide formique. Comme dernier terme d'oxydation, on a l'acide carbonique.

La solution aqueuse et étendue s'altère avec le temps et se couvre de moisissures.

L'acide tartrique précipite la chaux, la baryte et les sels solubles à acides végétaux, mais non les sels calcaires à acides minéraux.

Le chlorure ou le sulfate de calcium ne précipitent l'acide tartrique qu'après neutralisation de celui-ci par de l'ammoniaque; mais le tartrate de calcium, ainsi obtenu, cristallise après un certain temps de repos : il est très peu soluble dans l'eau, mais très soluble dans l'acide acétique ou le chlorure d'ammonium.

Le précipité peut être soluble dans un excès d'acide tartrique.

Le nitrate de plomb ne précipite pas l'acide tartrique; mais, si l'on

additionne le mélange d'acétate de sodium, il se produit un dépôt blanc de tartrate de plomb insoluble dans l'eau et l'acide acétique, très soluble dans l'acide nitrique et l'ammoniaque.

Une solution d'acide tartrique additionnée d'une solution concentrée de chlorure ou de bromure de potassium précipite du bitartrate de potassium. Cette précipitation est facilitée par l'alcool. Cette formation de crème de tartre est empêchée par une grande quantité de sels métalliques et par certains acides minéraux; avant la précipitation, il faut neutraliser ceux-ci en laissant l'acide tartrique libre; pour cela on verse goutte à goutte de l'eau de baryte dans la solution additionnée d'orangé III jusqu'à production de taches jaunes dans le liquide rouge disparaissant à l'agitation.

L'acide tartrique précipite par le nitrate d'argent, il se produit un dépôt blanc de tartrate d'argent qui se réduit à l'ébullition en argent métallique. Une solution aqueuse d'acide tartrique réduit aussi à chaud les solutions de sels d'or et de platine ; elle se colore à chaud en rouge violacé par addition d'acide sulfurique, renfermant de la résorcine.

La densité de cet acide est de 1,75.

Solubilité. — L'acide tartrique est soluble dans 1,8 partie d'eau froide et dans environ la moitié d'eau chaude, peu soluble dans l'alcool, presque insoluble dans l'éther.

Les valeurs des deux tableaux ci-dessous se rapportent aux solutions d'acide tartrique pur. Elles varient notablement dans les liquides de fabrication. Dans les solutions pures, comme par exemple les liquides blancs de la cristallisation finale, la solubilité est augmentée par la présence de l'acide sulfurique. Elle est au contraire considérablement diminuée par les impuretés contenues dans les liqueurs provenant du traitement des matières premières, ainsi que dans les eaux-mères des cristaux bruts, surtout quand elles ont servi plusieurs fois.

SOLUTION SATURÉE D'ACIDE TARTRIQUE A DIVERSES TEMPÉRATURES

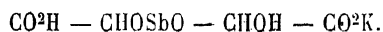
TEMPÉRATURE	ACIDE TARTRIQUE PAR LITRE D'EAU	TEMPÉRATURE	ACIDE TARTRIQUE PAR LITRE D'EAU	TEMPÉRATURE	ACIDE TARTRIQUE PAR LITRE D'EAU
0°	535g	40°	635g	80°	730g
10	560	50	660	90	755
20	585	60	685	100	775
30	610	70	710		

QUANTITÉS EN GRAMMES D'ACIDE TARTRIQUE CONTENUES DANS UN LITRE DE SOLUTION A 15° C.

DEGRÉ BAUMÉ	ACIDE TARTRIQUE PAR LITRE	DEGRÉ BAUMÉ	ACIDE TARTRIQUE PAR LITRE	DEGRÉ BAUMÉ	ACIDE TARTRIQUE PAR LITRE
0,5	8g	13	207g	26	422g
1	15	14	223	27	439
2	31	15	239	28	456
3	47	16	255	29	473
4	63	17	271	30	490
5	79	18	287	31	507
6	95	19	303	32	524
7	111	20	320	33	541
8	127	21	337	34	558
9	143	22	354	35	575
10	159	23	371		
11	175	24	388		saturation
12	191	25	405		

Il se dissout facilement dans l'alcool, il est très peu soluble dans l'éther.

Usages. — L'acide tartrique s'emploie beaucoup dans la vinification, en médecine, dans la fabrication des eaux gazeuses et des limonades en substitution de l'acide citrique. On en emploie de grandes quantités dans les teintureries de laine et pour l'impression des étoffes, où il constitue un mordant très important sous forme d'émétique ou antimonyltartrate de potassium :

$$CO^2H - CHOSbO - CHOH - CO^2K.$$

Falsifications. — On peut rencontrer dans l'acide tartrique les impuretés suivantes : acide sulfurique, sulfate de calcium, tartrate de calcium, sels de plomb et de cuivre, lesquels proviennent d'une fabrication mal soignée, mais non d'une falsification.

On falsifie quelquefois l'acide tartrique avec la crème de tartre, le bisulfate de potassium, l'alun.

En traitant l'acide tartrique par l'eau froide, on trouvera comme résidu la crème de tartre dont il a été additionné.

Le bisulfate de potassium et l'alun seront séparés par l'alcool, qui ne dissout que l'acide tartrique, ou bien par calcination, qui laisse par résidu le sulfate alcalin seul ou mêlé d'alumine.

CHAPITRE II

MATIÈRES PREMIÈRES

Les matières premières habituellement employées pour la fabrication de l'acide tartrique sont :

1° Les lies et tartres sablonneux, trop pauvres en bitartrate pour être travaillés convenablement dans la fabrication de la crème de tartre ;

2° Les matières résiduelles de la fabrication de la crème de tartre : sablons rouges et blancs, boues et eaux-mères impures.

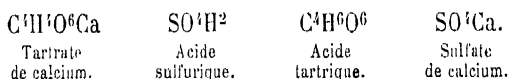
Certaines fabriques étrangères emploient encore pour la préparation de l'acide tartrique des matières riches en bitartrate telles que tartres, limo, cristaux de distillerie, etc., ce qui est une grande erreur puisque le prix de l'unité d'acide tartrique dans les matières premières pauvres est bien moins élevé que dans les matières riches.

La seule raison qui puisse faire conserver cette habitude dans les pays de production des matières brutes est une plus grande simplicité de fabrication. Mais cet avantage apparent est loin de compenser l'infériorité économique résultant d'un systeme erroné qui a été abandonné depuis longtemps par les fabriques françaises.

CHAPITRE III

PROCÉDÉS DE FABRICATION

Tous les procédés de préparation industrielle de l'acide tartrique sont basés sur la décomposition du tartrate de calcium par l'acide sulfurique, qui donne du sulfate de calcium insoluble pendant que l'acide tartrique libéré de la chaux demeure en solution :

$C^4H^4O^6Ca$	SO^4H^2	$C^4H^6O^6$	$SO^4Ca.$
Tartrate de calcium.	Acide sulfurique.	Acide tartrique.	Sulfate de calcium.

Par concentration et cristallisation du liquide, on retire l'acide tartrique qui est ensuite purifié par de successives dissolutions et cristallisations.

Plusieurs moyens peuvent être employés pour transformer en tartrate de chaux les sels tartriques des matières premières; mais, quand on a isolé ce tartrate de calcium, les diverses opérations qui conduisent à la cristallisation de l'acide commercial sont les mêmes pour tous.

Les procédés de fabrication généralement employés pour isoler le tartrate de chaux sont : le *procédé neutre* et le *procédé acide*. L'un et l'autre ont des variantes suivant les ressources en matières premières dont on dispose et les pays où ils sont installés.

Le procédé neutre peut être celui de Scheele-Lowitz avec emploi du chlorure de calcium pour convertir le tartrate neutre de potasse en tartrate de chaux. Il peut être aussi celui de Lafosse, qui substitue le sulfate de chaux au chlorure de calcium pour arriver au même résultat.

Dans le procédé acide, on peut séparer les lies des liqueurs tartriques par décantation, on peut aussi les séparer par filtration après avoir fait la cuite de ces lies dans un autoclave à vapeur ou les avoir torréfiées à sec dans un four spécial.

Un autre procédé qui a été mis industriellement en pratique est celui à l'acide sulfureux de Gladysz. Enfin on a fabriqué l'acide synthétiquement.

DEUXIÈME PARTIE

OBTENTION DU TARTRATE DE CALCIUM

CHAPITRE PREMIER

PROCÉDÉS

a) PROCÉDÉ SYNTHÉTIQUE DE NAQUET

Divers procédés ont été proposés pour la préparation synthétique de l'acide tartrique.

A titre documentaire, nous nous limiterons à résumer le brevet allemand, pris en 1891 par M. Naquet, pour la *préparation de l'acide tartrique par l'amidon, dextrine, etc.*

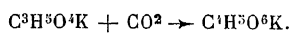
On emploie pour l'oxydation de l'hydrate de carbone un mélange d'acide sulfurique et d'acide nitrique et potasse ou soude. En ajoutant l'acide nitrique au moment de la réaction, celle-ci se fait mieux et plus facilement.

Dans ce but, on chauffe d'abord l'amidon seul avec l'acide sulfurique, puis on ajoute 180 parties d'acide nitrique, 500 parties d'eau et 100 parties de nitrate de soude ou la même quantité de sel de potasse. On chauffe pendant deux ou trois jours à la température de 95°, en remplaçant l'eau évaporée, ensuite on concentre jusqu'à consistance sirupeuse. On a alors un tartrate de soude ou de potasse qui est transformé en tartrate de chaux par les moyens ordinaires, et on continue les opérations habituelles pour obtenir l'acide cristallisé.

Le rendement en tartrate de chaux serait de 130 0/0 de farine d'amidon et celui en acide tartrique de 60 0/0.

b) PROCÉDÉ ZINO

Zino signale comme industriel un procédé qui consiste à saturer l'acide glycérique par la potasse, et à traiter le sel obtenu par le gaz carbonique sous une pression de 3 atmosphères [1] ;

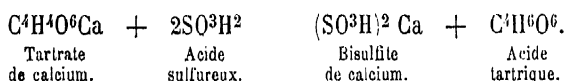
$$C^3H^5O^4K + CO^2 \rightarrow C^4H^5O^6K.$$

(1) *Monit. Scient.*. p. 493 ; 1902.

PROCÉDÉ A L'ACIDE SULFUREUX DE GLADYSZ

Ce procédé, employé chez Mante et C[ie], à Marseille, est basé sur les réactions suivantes :

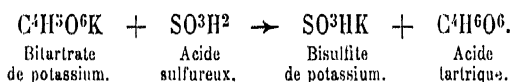
1° Lorsqu'on traite à froid une bouillie aqueuse de tartrate de calcium par un courant de gaz sulfureux, il se forme du bisulfite calcique et de l'acide tartrique libre :

$$C^4H^4O^6Ca + 2SO^3H^2 \qquad (SO^3H)^2Ca + C^4H^6O^6.$$

Tartrate de calcium.	Acide sulfureux.	Bisulfite de calcium.	Acide tartrique.

En chauffant la liqueur vers 50-60°, la réaction inverse se produit; l'acide sulfureux est chassé et l'acide tartrique reprend la chaux qui lui appartenait ;

2° Lorsqu'on traite à froid une bouillie aqueuse de bitartrate de potasse par un courant de gaz sulfureux, il se produit une réaction semblable à celle ci-dessus :

$$C^4H^5O^6K + SO^3H^2 \rightarrow SO^3HK + C^4H^6O^6.$$

Bitartrate de potassium.	Acide sulfureux.	Bisulfite de potassium.	Acide tartrique.

En chauffant la liqueur vers 70° C., la réaction inverse se produit ; l'acide sulfureux est expulsé et il se reforme le bitartrate de potasse primitif.

La matière première est mise en suspension dans l'eau. On se sert d'appareils absorbeurs en plomb placés en batterie qui sont traversés méthodiquement par le courant de gaz sulfureux.

Lorsque la saturation est terminée, on sépare les matières solides au moyen d'un filtre-presse, et la liqueur sulfi-tartrique est envoyée dans une chaudière et portée à la température de 100° C. A cette température, le gaz sulfureux se dégage, il se produit la réaction inverse. et l'acide

tartrique reprend sa forme primitive. Le tartrate de calcium, qui est insoluble, précipite, tandis que le bitartrate de potassium reste dissous dans la liqueur chaude.

Si on veut obtenir les deux sels séparément, on décante la liqueur chaude surnageant le tartrate calcique et on laisse refroidir en dehors de la chaudière. Par refroidissement on obtiendra le bitartrate de potassium.

Pour convertir le bitartrate de potasse en tartrate de chaux, on fait dissoudre le bitartrate dans l'eau et l'acide sulfureux et on ajoute une dose strictement calculée de sulfite de calcium également dissous dans le gaz sulfureux. En chauffant à 100°, on expulse le gaz sulfureux et on obtient du tartrate de calcium insoluble et du sulfite acide de potassium qui reste en dissolution :

$$\underset{\text{Bitartrate de potassium.}}{C^4H^5O^6K} + \underset{\text{Sulfite de calcium.}}{(SO^3)^2Ca} \rightarrow \underset{\text{Tartrate de calcium.}}{C^4H^4O^6Ca} + \underset{\text{Bisulfite de potassium.}}{SO^3HK} + \underset{\text{Acide sulfureux.}}{SO^2}.$$

Le sulfite de potassium traité par la chaux redonne le sulfite de calcium, lequel, dissous dans le gaz sulfureux, ressert indéfiniment.

L'acide sulfureux est constamment réutilisé, sauf une perte de 15 0/0, que l'on doit remplacer journellement (1).

(1) A. Haller, *Les Industries chimiques à l'Exposition de* 1900, 1, 394.

d) PROCÉDÉ SCHMITZ ET TŒGES [1]

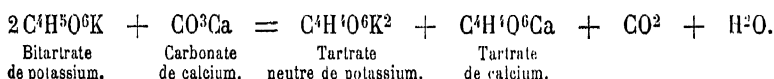
On fait bouillir les lies avec du carbonate de sodium, le bitartrate est entièrement dissous à l'état de tartrate double de potassium et de sodium (sel de Seignette). On filtre, on décolore le liquide par les hypochlorites, le peroxyde de sodium, ou par électrolyse. On précipite ensuite l'acide tartrique par le chlorure de calcium et l'on achève par la méthode ordinaire.

[1] Brevet allemand, n° 10.567 (1895).

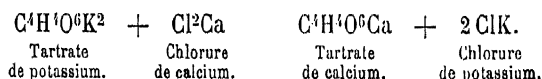
En 1770, Scheele proposa de préparer l'acide tartrique en décomposant à chaud avec du carbonate de calcium une solution de bitartrate de potassium. Le tartrate de calcium recueilli sur un filtre et lavé était ensuite traité par l'acide sulfurique.

Mais, en procédant de cette façon, Scheele perdait la moitié de l'acide tartrique qui restait dissous à l'état de tartrate de potassium selon l'équation suivante :

$$2\,C^4H^5O^6K + CO^3Ca = C^4H^4O^6K^2 + C^4H^4O^6Ca + CO^2 + H^2O.$$

Bitartrate de potassium.	Carbonate de calcium.	Tartrate neutre de potassium.	Tartrate de calcium.

Plus tard, Lowitz compléta la procédé de Scheele en faisant subir à la dissolution du tartre un deuxième traitement par le chlorure de calcium. Il décomposait ainsi le tartrate de potassium et précipitait l'autre moitié de l'acide tartrique à l'état de tartrate de calcium, selon l'équation suivante :

$$C^4H^4O^6K^2 + Cl^2Ca \quad C^4H^4O^6Ca + 2\,ClK.$$

Tartrate de potassium.	Chlorure de calcium.	Tartrate de calcium.	Chlorure de potassium.

Le procédé Scheel-Lowitz, appelé procédé neutre, est employé en Italie dans les fabriques d'acide tartrique, qui travaillent des matières premières crémeuses riches comme les tartres et les cristaux de distillerie.

Traitement des tartres. — On triture les tartres ou les cristaux pour les réduire à l'état granuleux, et on les dilue avec dix fois leur poids d'eau dans une cuve de bois doublée de plomb munie d'un agitateur et d'un barboteur de vapeur. On porte à l'ébullition et on ajoute peu à peu du carbonate de calcium en poudre impalpable jusqu'à neutralisation. On

maintient l'ébullition et l'agitation de la masse pendant une heure, on refait l'essai du liquide au moyen du papier tournesol, et, si c'est nécessaire, on ajoute une nouvelle quantité de carbonate en ayant soin toutefois d'éviter un excès. On met alors du chlorure de calcium à 75 0/0 dans la proportion de $\frac{1}{3}$ du poids de bitartrate mis en traitement, on arrête la vapeur, on fait fonctionner le malaxeur pendant une heure encore et on laisse ensuite en repos. Le liquide clair est décanté, et le tartrate, après avoir été lavé à plusieurs reprises dans la cuve même, peut être immédiatement décomposé et transformé en acide tartrique.

Ce procédé, qui est très simple quand on emploie des matières premières riches, n'est pas exempt de difficultés quand on l'applique au traitement des lies. D'autre part, l'industrie de l'acide tartrique s'attache plus spécialement aujourd'hui à ne travailler que des matières premières pauvres dont le prix de l'acide peut être de 20 francs les 100 kilogrammes inférieur à celui des matières riches. Aussi a-t-on cherché, malgré ses imperfections, à l'utiliser pour le traitement des lies. C'est ce mode de fabrication qui est le plus usité en Allemagne sous le nom de *procédé neutre* que nous exposons ci-après.

Traitement des lies à froid par lévigation. — On traite les lies par la chaux et par le chlorure de calcium, et on obtient un magma de tartrate de chaux et des parties ligneuses, terre, débris organiques, etc., des lies. Par des lavages répétés et par lévigation on sépare les impuretés des lies d'avec le tartrate et celui-ci est immédiatement décomposé par l'acide sulfurique. Les lavages se font à froid à température la plus voisine possible de 15°. A une température plus élevée, on aurait une faible dissolution du tartrate qui constituerait une perte importante, étant donné les grandes quantités d'eau employées. La séparation du tartrate doit être faite avec le plus grand soin pour éviter autant que possible les pertes par entraînement.

Un grave inconvénient que l'on rencontre dans ce procédé est la facilité avec laquelle la masse neutralisée entre en fermentation. Cette fermentation produit de gros bouillons d'acide carbonique, lesquels, en venant crever à la surface des cuves en repos, agitent constamment la masse, gênent la décantation et rendent difficiles le lavage et la lévigation.

On a reconnu que cette fermentation était due à des champignons qui se forment dans les lies au moment de leur dessiccation, ce qui a démontré la nécessité de les stériliser avant leur emploi en les chauffant à 110-120° de température. Les lies réduites à l'état granuleux sont stérilisées dans un cylindre vertical qui est traversé par un faisceau de tubes,

de diamètre convenable, fermés à leur partie inférieure par un obturateur commun.

La lie vient remplir tous ces tubes qui sont chauffés extérieurement par la vapeur pénétrant dans le cylindre. Le chauffage se fait graduellement, il dure quatre heures en employant pendant la première heure une pression de 1 atmosphère, la deuxième heure 2 atmosphères, et 3 atmosphères pendant les troisième et quatrième heures. On ouvre ensuite l'obturateur et on décharge la lie dans une trémie qui se trouve au-dessous de l'appareil.

Ce stérilisateur, qui ne paraît guère pratique pour ce genre d'opération, doit être peu économique ; on trouverait certainement un grand avantage à le remplacer par un torréfacteur à sec du système Périer.

Après sa stérilisation, la lie est diluée avec 6 fois son poids d'eau ou petites eaux de lavage dans une cuve en bois à malaxeur. On ajoute un poids de chlorure de calcium à 75 0/0 égal au $\frac{1}{3}$ du poids de bitartrate contenu dans l'opération, puis on sature par un lait de chaux jusqu'à réaction neutre au papier de tournesol. La saturation dure moyennement trois heures. La température doit osciller entre 20 et 25°. Une température plus basse peut retarder considérablement la dissolution du bitartrate ; au-dessus de 25°, on risque de dissoudre des impuretés qui rendraient plus difficiles le lavage et la séparation des lies. Lorsque la saturation est terminée, on fait tourner le malaxeur pendant deux heures encore. On laisse ensuite en repos.

Pour observer si la quantité de chlorure de calcium mise dès le début était ou non suffisante, on doit, sitôt la saturation terminée, prendre un échantillon du liquide, le filtrer et y ajouter de l'oxalate d'ammoniaque. Un précipité abondant d'oxalate de chaux devra se former, ce qui indiquera que le calcium est en excès dans le liquide et qu'il ne peut y exister du tartrate neutre de potasse indécomposé. Si le précipité est trop faible, on ajoutera une quantité convenable de chlorure dans l'opération et on continuera l'agitation pendant une heure ou deux.

Quand le liquide est suffisamment décanté, on siphonne la partie claire qui est évacuée aux résidus. On remplit ensuite la cuve d'eau froide, on remet l'agitateur en marche pendant une heure, on laisse de nouveau reposer et on siphonne. On lave ainsi à sept ou huit reprises sans interruption. En faisant le dernier siphonnage, on doit autant que possible enlever complètement les matières lieuses, qui se réunissent par différence de densité au-dessus de la couche de tartrate.

Le premier liquide siphonné ne doit pas donner à l'analyse plus de $0^{gr},1$ d'acide tartrique par litre.

f) PROCÉDÉ NEUTRE DE DESFOSSES

C'est une variante de celui de Scheele-Lowitz. Il n'en diffère que par la substitution du sulfate de calcium hydraté (gypse) au chlorure de calcium pour transformer le tartrate de potassium en tartrate de calcium :

$C^4H^4O^6K^2$	+	$SO^4Ca\,2\,Aq$		$C^4H^4O^6Ca$	+	SO^4K^2	+	2 Aq.
Tartrate de potassium.		Sulfate de calcium hydraté.		Tartrate de calcium.		Sulfate de potassium.		

Le sulfate de calcium dont on se sert est le sulfate résiduel provenant du traitement du tartrate de calcium par l'acide sulfurique. Ce procédé est surtout employé en Angleterre. Il ne se prête pas au traitement direct des lies. On l'applique surtout pour traiter les matières crémeuses riches et plus spécialement pour les matières résiduelles (sablons blancs, eaux-mères) de la fabrication de la crème de tartre. Le traitement se fait à chaud.

Traitement des tartres. — Le tartre réduit en poudre est dissous avec 10 fois son poids d'eau dans une cuvette doublée de plomb munie d'un malaxeur et d'un tuyau de vapeur. On porte à ébullition et on ajoute, par petites portions à la fois, une quantité calculée de carbonate de calcium en poudre. Quand tout le carbonate est introduit, on maintient l'agitation et l'ébulition pendant une heure environ et on vérifie le point de saturation au moyen du papier tournesol. Si le liquide est encore acide, on ajoute du carbonate, mais on ne doit pas atteindre la réaction franchement neutre pour ne pas décomposer les sels de magnésie, d'alumine et de fer dont les oxydes hydratés se précipiteraient avec le tartrate de calcium.

Quand la saturation est terminée, on ajoute une quantité calculée de gypse en poudre, ou mieux de sulfate de calcium provenant de la décom-

position du tartrate, tout en maintenant le chauffage et le malaxage de la masse. On ajoute du sulfate jusqu'à ce qu'un essai sur 20 centimètres cubes du liquide filtré, agité avec 5 centimètres cubes d'acide acétique, ne donne plus de précipité de bitartrate de potassium, ce qui indique que tout le tartrate neutre est décomposé. Un excès de sulfate est sans inconvénient.

Pour 100 kilogrammes de bitartrate, on emploiera :

26k,6 de carbonate de calcium ;
45k,8 de gypse ou sulfate de calcium hydraté ou
30k,2 de sulfate de calcium anhydre,

et on retirera :

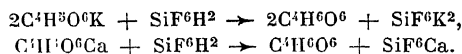
100 kilogrammes de tartrate de calcium anhydre ou
138k,3 de tartrate de calcium hydraté ;
46 kilogrammes de sulfate de potassium resteront en dissolution.

Quand l'opération est à point, on ferme la vapeur et on laisse continuer le malaxeur jusqu'à ce que la température de la masse soit descendue à 50°. On laisse ensuite en repos pendant deux ou trois heures, puis on décante le liquide clair qui peut être rejeté aux résidus ou bien évaporé en vue de la récupération du sulfate de potassium. On lave le tartrate à trois reprises avec de l'eau froide dans la cuve même en se servant du malaxeur et en décantant après repos. Les eaux de lavage servent pour dissoudre une nouvelle quantité de tartre.

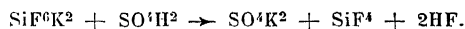
Souvent on ajoute dans la dissolution du tartre, avant la saturation, 1 0/0 d'acide chlorhydrique qui, en se transformant en chlorure de calcium acide, sert à maintenir en dissolution les sels de magnésie, d'alumine et de fer.

g) PROCÉDÉ SCARLATA (1)

Le principe de ce procéde est basé sur la décomposition des tartrates par l'acide hydrofluosilicique :

$$2C^4H^5O^6K + SiF^6H^2 \rightarrow 2C^4H^6O^6 + SiF^6K^2,$$
$$C^4H^4O^6Ca + SiF^6H^2 \rightarrow C^4H^6O^6 + SiF^6Ca.$$

On filtre pour séparer le fluosilicate de potassium insoluble, on ajoute à la solution filtrée de l'acide sulfurique en quantité calculée pour décomposer le fluosilicate de calcium, et l'on sépare le sulfate de calcium formé.

On régénère l'acide fluorhydrique de l'hydrofluosilicate de potassium par l'acide sulfurique :

$$SiF^6K^2 + SO^4H^2 \rightarrow SO^4K^2 + SiF^4 + 2HF.$$

L'acide fluorhydrique en présence de silice donne du fluorure de silicium qui, par l'eau, régénère l'acide hydrofluosilicique.

$$3SiF^4 + 2H^2O \rightarrow 2SiF^6H^2 + SiO^2.$$

(1) *Moniteur scientifique*, p. 360 (1899).

h) PROCÉDÉ H. TOBLER (1)

On ajoute les tartres bruts à de l'acide sulfurique 10° B. et on chauffe vers 60° pour dissoudre le bitartrate et transformer le tartrate de calcium en sulfate et acide tartrique.

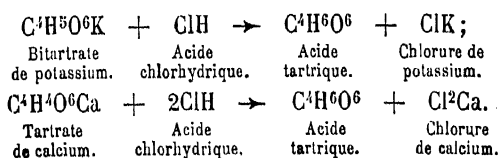
On filtre et on ajoute assez de chlorure de potassium pour transformer l'acide tartrique en crème de tartre. On sépare la crème et, à la liqueur filtrée, on ajoute un sel de calcium.

(1) Brevet américain, 1.278.257, 19 septembre 1918.

i) PROCÉDÉ ACIDE DE SCHEURER-KESTNER

C'est celui employé dans le midi de la France pour traiter les lies et les résidus des cristaux rouges (sablons, boues) de la fabrication de la crème de tartre.

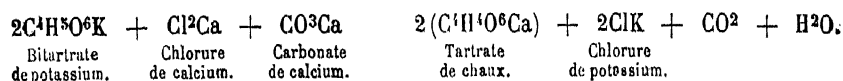
Ce procédé est basé sur la plus grande solubilité du tartrate de calcium et du bitartrate de potassium dans un acide minéral dilué (chlorhydrique ou sulfurique), pendant que dans les mêmes conditions un grand nombre d'impuretés qui accompagnent les lies ou les matières résiduelles demeurent insolubles :

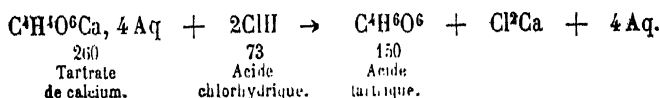
$C^4H^5O^6K$	$+$	ClH	$\rightarrow$	$C^4H^6O^6$	$+$	$ClK;$
Bitartrate de potassium.		Acide chlorhydrique.		Acide tartrique.		Chlorure de potassium.
$C^4H^4O^6Ca$	$+$	$2ClH$	$\rightarrow$	$C^4H^6O^6$	$+$	$Cl^2Ca.$
Tartrate de calcium.		Acide chlorhydrique.		Acide tartrique.		Chlorure de calcium.

Cette dissolution peut se faire à froid, mais on préfère généralement la faire à chaud.

Les liqueurs sont saturées par le carbonate de calcium et tout l'acide tartrique est précipité à l'état de tartrate de calcium.

$C^4H^6O^6$	$+$	CO^3Ca		$C^4H^4O^6Ca$	$+$	CO^2	$+$	$H^2O.$
Acide tartrique.		Carbonate de calcium.		Tartrate de calcium.		Gaz carbonique.		Eau.

Le chlorure de calcium formé par la réaction de l'acide chlorhydrique sur le tartrate de calcium empêche la formation du tartrate neutre de potasse :

$2C^4H^5O^6K$	$+$	Cl^2Ca	$+$	CO^3Ca		$2(C^4H^4O^6Ca)$	$+$	$2ClK$	$+$	CO^2	$+$	$H^2O.$
Bitartrate de potassium.		Chlorure de calcium.		Carbonate de calcium.		Tartrate de chaux.		Chlorure de potassium.				

La quantité théorique d'acide chlorhydrique à employer serait

$C^4H^4O^6Ca, 4Aq$	$+$	$2ClH$	$\rightarrow$	$C^4H^6O^6$	$+$	Cl^2Ca	$+$	$4Aq.$
260		73		150				
Tartrate de calcium.		Acide chlorhydrique.		Acide tartrique.				

Puisque l'acide employé est à 21° B., ou 33 0/0 environ, on aura pour 260 de tartrate de chaux ou 150 d'acide tartrique :

$$3 \times 73 = 219 \text{ d'acide chlorhydrique à } 21° \text{ B.}$$

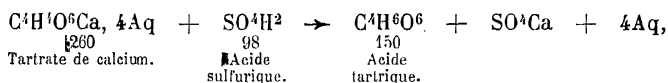
soit pour 100 kilogrammes de tartrate de chaux :

$$\frac{219 \times 100}{260} = 84 \text{ ou } 90 \text{ kilogrammes,}$$

et pour 100 kilogrammes d'acide tartrique :

$$\frac{219 \times 100}{150} = 146 \text{ ou } 150 \text{ kilogrammes pratiquement.}$$

Pour l'acide sulfurique, la quantité théorique à employer serait :

$$\underset{\substack{260 \\ \text{Tartrate de calcium.}}}{C^4H^4O^6Ca, 4Aq} + \underset{\substack{98 \\ \text{Acide} \\ \text{sulfurique.}}}{SO^4H^2} \rightarrow \underset{\substack{150 \\ \text{Acide} \\ \text{tartrique.}}}{C^4H^6O^6} + SO^4Ca + 4Aq,$$

soit :

$$\frac{98 \times 100}{150} = 65{,}3 \text{ d'acide pur pour 100 kilogrammes d'acide tartrique,}$$

correspondant à :

$$\frac{65{,}3}{0{,}61} = 107 \text{ kilogrammes pratiquement ou 110 kilogrammes à } 58° \text{ B.}$$

Sauf des cas exceptionnels, on emploie l'acide chlorydrique de préférence au sulfurique, le sulfate de chaux formé avec ce dernier gênant la décantation des liquides et rendant plus difficile le lavage et l'épuisement des lies.

Pour séparer la lie résiduelle de la liqueur acide contenant tout l'acide tartrique en dissolution, on emploie ou la filtration, ou la décantation. La filtration ne peut guère s'appliquer sans faire subir aux lies un traitement préliminaire ayant pour but de détruire les matières visqueuses qu'elles contiennent. On peut employer pour ce traitement soit le système Dietrich, ou cuite des lies sous pression de vapeur après leur distillation, soit le système de la torréfaction à sec de la lie, qui, à notre avis, est le moyen le plus rationnel pour le traitement des lies sèches.

Séparation des liqueurs par filtration avec traitement des lies par le système à haute pression de Dietrich. — Le système Dietrich est surtout employé quand on extrait l'acide tartrique des lies fraîches

après leur distillation. Les lies fraîches sont diluées dans une cuve en bois munie d'un malaxeur ; on met 200 litres d'eau par 100 kilogrammes de lie et on obtient une bouillie que l'on passe à travers un tamis en toile de cuivre pour séparer les pépins et autres corps durs qui pourraient obstruer les tuyautages. Cette bouillie est envoyée dans un alambic où elle est distillée, pour en retirer l'alcool et l'éther œnanthique. Après sa distillation, la lie est versée dans un autoclave à vapeur pour être soumise pendant plusieurs heures à une pression de 3 à 4 atmosphères dans le but d'insolubiliser ou de détruire les matières visqueuses et faciliter ainsi la filtration.

Pour traiter la lie sèche, on la passe d'abord à un moulin qui la réduit en granulés de la grosseur d'une lentille ou d'un poids et on la dilue ensuite avec de l'eau dans la proportion de $\frac{1}{2}$ ou $\frac{3}{4}$ de son poids. Cette opération se fait dans une cuve en bois à malaxeur chauffée par un barboteur de vapeur. On porte à l'ébullition que l'on maintient pendant une heure, puis on coule la bouillie dans l'autoclave dont le volume est de 1,5 fois celui de la bouillie à traiter. Le temps que doit séjourner la charge dans l'autoclave de même que la pression de la vapeur varient suivant la qualité de la lie. Certaines lies de bonne qualité sont à point après trois heures d'autoclave à 3 atmosphères, d'autres exigent cinq heures et même plus à 4 atmosphères ; enfin nous avons rencontré en Espagne des lies presque impossibles à filtrer après un traitement prolongé au delà de dix heures.

On examine si le traitement est ou non suffisant en prélevant de temps à autre des échantillons de la masse au moyen d'une bouteille spéciale placée sur l'appareil. On arrête l'opération dès que ces échantillons filtrés sur papier au laboratoire indiquent une durée de filtration convenable.

On a essayé d'employer pour autoclaves des appareils en fer, fer plombé, fer revêtu de silex à l'intérieur, etc.; mais les seuls appareils convenables sont entièrement en cuivre. Il doivent être étudiés et calculés soigneusement pour écarter les dangers d'explosions qui se sont produites trop souvent avec les appareils en fer.

Pendant toute la durée de la cuite, on laisse échapper un léger filet de vapeur par le tuyau de décharge de pression qui se trouve à la partie supérieure de l'appareil. Cet échappement favorise l'ébullition de la masse et expulse les vapeurs fétides que produit la décomposition des matières gommeuses.

Quand la cuite est achevée, on diminue la pression jusqu'à 1 ou $1\frac{1}{2}$ atmosphère; on ouvre le robinet de vidange et, par la seule pression intérieure restée dans l'autoclave, on envoie la charge dans une cuve

plombée, placée au niveau supérieur de l'atelier, dans laquelle on a déjà préparé la solution d'acide chlorhydrique convenablement dilué avec des petites eaux de lavage.

On malaxe la masse et on laisse refroidir jusqu'à 50-60° de température, puis on la verse dans un monte-jus à air comprimé qui la distribue aux filtres-presses sous une pression de 1 à 1 $\frac{1}{2}$ atmosphère.

Séparation des liqueurs par filtration avec emploi de lies torréfiées. — En employant comme matière première la lie torréfiée à sec (voir fabrication mécanique du bitartrate p. 170), on met directement celle-ci dans la cuve à cuite qui contient déjà l'acide chlorhydrique à 21° B. dilué avec 7 fois son poids d'eau ou petites eaux de lavages.

La cuve porte un malaxeur et un barboteur de vapeur. La lie est introduite par petites portions, et la masse est portée à l'ébullition. Lorsque toute la lie est introduite, on ferme la vapeur et on continue l'agitation jnsqu'à ce que la température se soit abaissée vers 50-60°, puis on coule la masse dans le monte-jus qui l'envoie aux filtres-presses.

On recueille le liquide filtré qui pèse 8 à 9° B., puis on lave et on épuise le tourteau avec de l'eau à 50-60° de température. Les lavages supérieurs à 2° B. sont ajoutés au liquide de premier jet ce qui forme un ensemble à 5 à 6° B. Les lavages de 2° à 0°, dont l'ensemble pèse 1° B., sont séparés et utilisés pour de nouvelles dilutions ou pour servir comme première eau de lavage.

Moyennement, une cuite faite avec 1.000 kilogrammes de lie torréfiée contenant 20 0/0 d'acidité tartrique rend environ :

1.800 litres de liquide de premier jet de 8° à 9° B. ;
1.800 litres de lavage fort jusqu'à 2° B. ;
6.000 litres de lavage faible jusqu'à 0° B.

L'ensemble du liquide de premier jet et des lavages forts pèse 6° B. ; les petits lavages réunis pèsent 1° B.

Les serviettes qui constituent les toiles filtrantes sont faites en tissus de coton ou de poil de chameau qui résistent aux acides. Cependant, malgré que le jute résiste peu aux acides et que sa durée soit assez limitée, on le préfère souvent à cause de son bas prix. C'est pour ne pas détériorer trop vite ces serviettes que l'on recommande de ne pas dépasser la température de 50-60°, tant pour les liquides à filtrer que pour les eaux de lavage.

Les filtres sont à cadres de $0^m,030$ d'épaisseur. Un filtre-presse de $1^m \times 1^m$, muni de trente cadres ayant pour dimension de chambre $0^m,750 \times 0^m,750 \times 0^m,030$, soit une capacité de $0^{m3},500$, épuise en une

opération 350 kilogrammes de lie sèche et peut faire trois opérations par vingt-quatre heures. Son travail total par vingt-quatre heures correspondrait par conséquent à 1.000 kilogrammes de lie sèche ; on doit donc prévoir pratiquement un volume de 0[l],5 par kilogramme de lie torréfiée à traiter par vingt-quatre heures.

Séparation des liqueurs par décantation. — Dans ce procédé, la lie sèche ne reçoit aucun traitement préalable, il est donc pratiquement impossible de la filtrer et de la laver au filtre-presse. C'est pourquoi on l'épuise par de successives décantations.

C'est le procédé qui est employé dans les grandes fabriques du Midi de la France. On peut faire le traitement des lies à froid; mais il est préférable de le faire à chaud, ce qui facilite la dissolution des produits tartriques.

Voici comment on opère :

a) Cuite des lies. — Dans une cuve de 45 hectolitres en bois doublée de plomb et munie d'un malaxeur et d'un barboteur à vapeur, on met environ 2.000 litres d'eau, puis de l'acide chlorhydrique à 21° B. dans la proportion de 150 kilogrammes pour 100 kilogrammes d'acide tartrique contenu dans la charge de lie à traiter, et on chauffe à l'ébullition. Puis on ajoute par petites portions la lie en poudre mise en sacs et déposée sur un plancher servant de couvercle à la cuve.

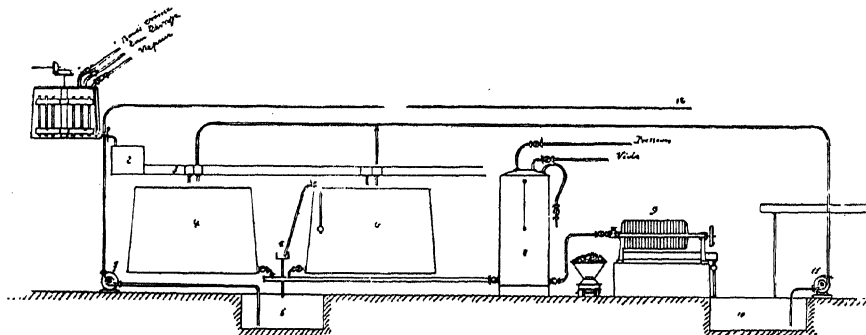



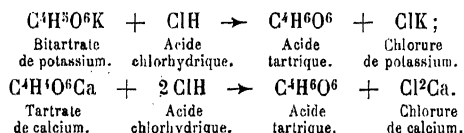
FIG. 59. — Cuite des lies.

Les réactions, comme nous l'avons déjà dit, sont les suivantes :

$$C^4H^5O^6K + ClH \rightarrow C^4H^6O^6 + ClK;$$

Bitartrate de potassium. — Acide chlorhydrique. — Acide tartrique. — Chlorure de potassium.

$$C^4H^4O^6Ca + 2\,ClH \rightarrow C^4H^6O^6 + Cl^2Ca.$$

Tartrate de calcium. — Acide chlorhydrique. — Acide tartrique. — Chlorure de calcium.

Lorsqu'on a mis la quantité de lie à traiter en une cuite (ordinairement 1.000 kilogrammes), on laisse bouillir environ une demi-heure et on coule dans de grandes cuves constituant la *cuverie de décantation*. Le nombre et les dimensions de ces cuves varient suivant l'importance de la fabrication. On y met deux, trois et même cinq cuites consécutives suivant leur capacité.

b) Décantation. — Lorsque le nombre déterminé de cuites a été coulé dans une cuve de décantation, on remplit celle-ci avec le même volume d'eau froide ou, ce qui est préférable, avec des jus de faible densité. Pendant ce remplissage, un homme brasse constamment la masse au moyen d'un ringard de bois à long manche, que l'on leste au moyen de lames de plomb clouées à son extrémité inférieure.

On obtient ainsi un liquide boueux qui contient en solution tous les produits tartriques qui se trouvaient dans les lies. On laisse reposer deux ou trois jours et même davantage suivant la qualité de la lie travaillée. Quand les insolubles sont suffisamment déposés, on décante au moyen d'un siphon la partie claire du liquide qui marque 6 à 7° B. et on l'envoie dans une citerne cimentée dite *des jus forts*.

Ce liquide est repris par une pompe centrifuge et envoyé dans les saturateurs, où il est traité par la chaux ou le carbonate de chaux.

Après le premier siphonnage, il reste dans la cuve une quantité notable d'acide tartrique et on doit procéder à des lavages répétés afin d'épuiser complètement les résidus. Ces lavages se font à l'eau froide. On fait le plein de la cuve et on brasse au ringard, ou, ce qui est bien préférable, on fait des remontages au moyen d'une pompe centrifuge qui prend la masse à la partie inférieure et la déverse à la partie supérieure de la cuve. Après un brassage convenable, on laisse reposer et décanter, puis on siphonne. Trois lavages sont généralement suffisants, mais on en fait parfois un quatrième quand il est nécessaire, ceci indépendamment du dernier remplissage avant la filtration.

c) Séparation du tourteau. — Lorsque le liquide ne marque plus que 1° à 1°,5 B., on prélève un échantillon du dépôt qui se trouve dans le fond de la cuve et si, à l'analyse, celui-ci n'indique pas plus de 0,5 0/0 d'acide tartrique sur le sec, on envoie le liquide dans une citerne dite *des petits-jus* et on coule le dépôt dans un monte-jus qui l'envoie aux filtres-presses. Le liquide filtré est réuni au liquide du dernier lavage qui a été siphonné dans la citerne des petits-jus. Ce liquide sert pour la dilution des cuites. Il peut être employé aussi pour le premier lavage.

Le tourteau pressé est envoyé aux résidus; il contient normalement moins de 0,2 0/0 d'acide tartrique sur le sec.

On emploie quinze jours pour les décantations et l'épuisement d'une cuve de 150 hectolitres, dans laquelle on a mis trois cuites de lies de 1.000 kilogrammes chacune. Le premier siphonnage marque 6 à 7° B. et le troisième lavage 2°.

Les cuves doivent toujours être siphonnées très claires, car, en entraînant du liquide trouble, on enlève des matières pectiques et albuminoïdes qui forment, pendant la saturation, ce qu'on appelle le *gras*. Ce gras rend très pénible le lavage du tartrate.

La filtration se fait sous une pression d'air de 1,5 atmosphère. Les serviettes des filtres sont en toile croisée. Les filtres-presses de dimension très convenable sont ceux de 0m,800 × 0m,800 à cadres de 0m,030 d'épaisseur. L'entrée de la matière se fait par le centre sans aucun dispositif de lavage.

Le travail aux filtres-presses se fait seulement de jour. On décharge et recharge les filtres matin et soir ; ils ne font que deux opérations par vingt-quatre heures. La lie qui n'a été ni torréfiée ni cuite sous pression est très volumineuse. Un filtre de 0m,800 × 0m,800 ayant un volume de chambre de 300 litres donne, en une filtration, un volume de pâte correspondant à 200 kilogrammes de lie sèche, soit un travail de 400 kilogrammes de lie sèche par vingt-quatre heures.

Un kilogramme de lie sèche traitée par vingt-quatre heures, avec travail seulement de jour, correspond à un volume de chambre de 0l,75 ; mais, comme il faut prévoir un certain nombre d'éléments disponibles pour ne point retarder les reprises de travail, on comptera pratiquement 1 litre de chambre par kilogramme de lie sèche non torréfiée à traiter par jour.

Le tourteau, à sa sortie du filtre-presse, contient 40 à 45 0/0 d'eau, environ 4 0/0 d'azote et des quantités variables d'acide phosphorique et de sels de potasse suivant la qualité des lies travaillées. Voici quelques analyses de tourteaux épuisés :

	I	II	III	IV
Azote 0/0	3,76	4,12	4,18	4,76
Acide phosphorique 0/0.......	0,25	0,39	0,33	0,47
Potasse 0/0..................	0,05	0,66	0,19	0,49

Ces tourteaux constituent un bon engrais pour l'agriculture. A leur sortie des filtres-presses, ils sont séchés à l'air sur des aires exposées au soleil, ou bien, ce qui est préférable et plus économique, dans des fours continus combinés avec un système de broyage qui les réduit en poudre grossière.

La marche que nous venons d'indiquer convient très bien pour le traitement des résidus de fabrication de la crème. On traite de la même façon les sablons rouges et les boues des rouges, mais les sablons

blancs, qui ne contiennent pas de matières colorantes organiques, sont, ainsi que les eaux-mères, traités par le procédé Desfosses.

Les cuites des boues se font avec des charges de 3.000 litres. Quand la moitié de la charge est dans la cuve, on met l'acide chlorhydrique, puis la vapeur et ensuite l'autre moitié de la charge. Le malaxeur fonctionne tout le temps. L'opération se fait à la température de 60°, mais, à la fin, on pousse jusqu'à l'ébullition. A ce moment on coule dans les cuves de décantation.

Les cuites des sablons rouges se font avec 1.500 kilogrammes de sablons humides et on opère exactement comme pour une opération de lie sèche.

En mélangeant deux cuites de boues et deux cuites de sablons dans les cuves de décantation, on facilite le dépôt des matières légères en suspension dans les boues qui sont entraînées par les insolubles des sablons.

Le premier liquide siphonné marque 3° B.; on ne fait généralement qu'un ou deux lavages suivis d'une nouvelle décantation et on envoie aux filtres. Une cuve demande quatre à cinq jours pour son épuisement.

d) Saturation. — Les jus forts des siphonnages, rassemblés dans une citerne en ciment à revêtement de verre, sont pris par une pompe centrifuge et envoyés dans des cuves de 250 hectolitres en bois, munies d'agitateur, où ils sont saturés par le carbonate de chaux.

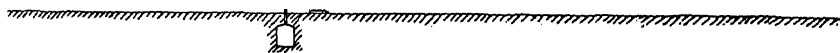



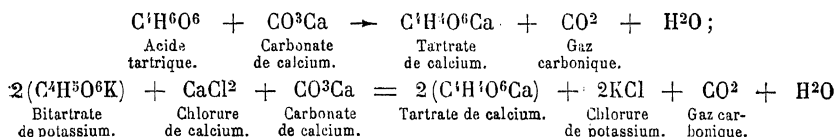
Fig. 60. — Saturation.

Le carbonate en poudre impalpable étant déposé sur un plancher qui sert de couvercle au saturateur, et l'agitateur étant en mouvement, on fait tomber la poudre en éventail au moyen d'un petit balai. On doit laisser une liberté d'au moins $0^m,50$ entre le niveau du liquide et le dessus de la cuve pour éviter le débordement de la mousse que produit le dégagement de l'acide carbonique. On préviendra ce débordement en ne

mettant pas trop de carbone à la fois, et, si le cas se présentait, on arrêterait la mousse en l'aspergeant avec de l'eau au moyen d'un petit tube en caoutchouc.

Voici les réactions qui se produisent dans cette saturation, qui se fait à froid :

$$\underset{\text{Acide tartrique.}}{C^4H^6O^6} + \underset{\text{Carbonate de calcium.}}{CO^3Ca} \rightarrow \underset{\text{Tartrate de calcium.}}{C^4H^4O^6Ca} + \underset{\text{Gaz carbonique.}}{CO^2} + H^2O;$$

$$\underset{\text{Bitartrate de potassium.}}{2(C^4H^5O^6K)} + \underset{\text{Chlorure de calcium.}}{CaCl^2} + \underset{\text{Carbonate de calcium.}}{CO^3Ca} = \underset{\text{Tartrate de calcium.}}{2(C^4H^4O^6Ca)} + \underset{\text{Chlorure de potassium.}}{2KCl} + \underset{\text{Gaz carbonique.}}{CO^2} + H^2O$$

L'acide tartrique libre forme avec le carbonate de calcium un tartrate de calcium insoluble qui se précipite :

Le bitartrate de potassium en présence du chlorure de calcium qui provient de la décomposition du tartrate de calcium de la lie dans la cuve à cuites, forme avec le carbonate un nouveau précipité de tartrate de calcium. Il se forme en outre du chlorure de potassium qui reste dissous. Dans les deux cas, il y a dégagement de gaz carbonique.

Toute l'acidité du liquide primitif est donc saturée et tout l'acide tartrique est à l'état de tartrate de calcium.

A mesure que la saturation auance vers la fin, le liquide change de teinte et la couleur vineuse qu'il avait auparavant devient verdâtre, terreuse. A ce moment on prélève au moyen d'une éprouvette un échantillon du liquide que l'on verse dans un verre à pied, on y ajoute une pincée de carbonate, on agite avec une spatule et on ramène sur les bords du verre la mousse produite par l'agitation. Si on aperçoit des bulles monter à la surface vers le centre du verre, c'est que la saturation n'est pas terminée et qu'il y a dégagement de CO^2 produit par la réaction de l'acide sur le carbonate de chaux. On ajoute alors un peu de CO^3Ca et on procède à un deuxième essai. L'essai de saturation peut se faire aussi en ajoutant à 200 centimètres cubes d'échantillon de liquide que l'on porte à l'ébullition, un peu de carbonate dilué dans l'eau. L'effervescence, si elle se produisait, indiquerait que la saturation est incomplète. Lorsque la saturation est terminée, on laisse tourner encore l'agitateur pendant une demi-heure pour bien brasser le mélange et faire tomber la mousse qui retient toujours du carbonate de chaux en suspension, puis on laisse reposer pendant trois à quatre heures.

Quand la masse est bien décantée, on siphonne la partie claire du liquide qui contient les chlorures de calcium et de potassium et les impuretés solubles, et on l'expulse à la rivière. On examine soigneusement si le liquide siphonné n'entraîne pas de tartrate et, dans ce cas, on relèverait le siphon à une hauteur convenable.

Dans ce procédé, l'eau résiduelle contient en dissolution ou en suspen-

sion une quantité de tartrate de chaux correspondant à 0gr,3-0gr,8 d'acide tartrique par litre. On peut compter moyennement 0gr,5, ce qui représente une perte de fabrication de 3 à 4 0/0 d'acide cristallisé.

La partie trouble du liquide qui n'a pu être siphonnée parce qu'elle renfermait du tartrate en suspension est prise avec une pompe et envoyée dans une cuve à double fond avec toile filtrante.

Il reste au-dessus du précipité de tartrate une couche de boue visqueuse, onctueuse au toucher, qui est constituée par des matières pectiques, albuminoïdes, des sels d'alumine, de fer, etc., mélangés à du tartrate de chaux qui n'a pu s'en séparer. C'est ce qu'on appelle le *gras*; on le sépare du tartrate, car il gênerait son lavage.

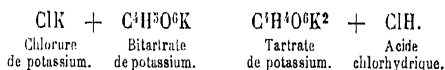
Pour faire cette séparation, un ouvrier chaussé de sabots descend dans le saturateur et relève à la pelle tout le tartrate qu'il met en tas autour de la cuve de façon à laisser le liquide gras s'écouler vers le centre. Il piétine ensuite le tartrate pour faire remonter tout le gras qu'il contient et, au moyen d'une pompe, on envoie ce liquide dans la cuve à double fond où se trouve déjà le liquide trouble de la saturation qu'on appelle *cuve à gras*. On met dans cette cuve 20 à 25 kilogrammes d'acide chlorhydrique pour dissoudre en partie les matières pectiques; on brasse, puis on fait circuler le liquide dans des dalles de décantation où se dépose le tartrate entraîné. Celui-ci est recueilli et lavé et le liquide est passé aux cuites pour être traité comme une opération de boues de la crème.

Dans la saturation, on doit mélanger les liquides provenant des cuites des boues et sablons avec ceux provenant des cuites des lies pour être certain que tout le bitartrate sera entièrement transformé en tartrate de chaux sans formation de tartrate neutre de potasse.

Supposons en effet que la quantité de ClH mise dans les cuites des boues et sablons soit insuffisante pour obtenir la quantité de chlorure de calcium nécessaire pour produire la transformation du tartrate de potassium en tartrate de calcium. On aura d'abord :

$$\underset{\text{Bitartrate de potassium.}}{C^4H^5O^6K} + \underset{\text{Acide chlorhydrique.}}{ClH} + \underset{\text{Carbonate de calcium.}}{CO^3Ca} \rightarrow \underset{\text{Tartrate de calcium.}}{C^4H^4O^6Ca} + \underset{\text{Chlorure de potassium.}}{ClK} + \underset{\text{Gaz carbonique.}}{CO^2} + H^2O;$$

mais, comme nous avons $C^4H^5O^6K$ en excès, on aura ensuite :

$$\underset{\text{Chlorure de potassium.}}{ClK} + \underset{\text{Bitartrate de potassium.}}{C^4H^5O^6K} \quad \underset{\text{Tartrate de potassium.}}{C^4H^4O^6K^2} + \underset{\text{Acide chlorhydrique.}}{ClH}.$$

Mais la quantité d'acide chlorhydrique formé dans cette dernière équation est trop faible pour permettre la transformation totale du tartrate neutre de potassium en tartrate de calcium. On voit donc que la présence du

chlorure de calcium est absolument nécessaire pour obtenir une saturation complète de tous les liquides.

Comme ceux provenant des lies en renferment un grand excès, on doit les mélanger à ceux des cuites des boues et sablons qui n'en ont pas suffisamment, sans cela on s'exposerait à perdre une partie de l'acide tartrique.

Il n'est pas indifférent d'employer le carbonate de calcium au lieu de la chaux pour cette saturation. La chaux a l'inconvénient, en se combinant avec des substances azotées solubles, de former des composés insolubles. De plus, dès que l'on a atteint une saturation franche, elle décompose les sels de magnésie, d'alumine et de fer en précipitant leurs oxydes hydratés qui se mélangent au tartrate et passent ensuite dans les liqueurs tartriques lorsque le tartrate est décomposé par l'acide sulfurique, ce qui gêne la cristallisation.

Tandis qu'en employant le carbonate de chaux, on forme de l'acide carbonique dont une partie reste dissoute dans le liquide et entretient ainsi une acidité qui maintient ces sels en dissolution dans le liquide résiduel.

Les liquides à saturer doivent être le plus froids possible : d'abord parce que le tartrate de chaux entre facilement en fermentation à la température de 30 à 40°, et ensuite parce que la solubilité (malgré que très faible) du tartrate de chaux augmentant avec l'élévation de température, le liquide résiduel en emporterait une plus grande quantité.

e) Lavage du tartrate de calcium. — Le tartrate, en sortant des saturateurs, est imprégné de chlorures de potassium et de calcium dont on doit le débarrasser par des lavages à l'eau froide.

Ces lavages se font sur des caisses de bois doublées de plomb, munies d'un double fond de bois avec surface cannelée que l'on recouvre d'une toile filtrante. Le tartrate est tassé sur le filtre jusqu'à une hauteur de $0^m,07$ à $0^m,08$ du bord supérieur. Un robinet situé à une extrémité de la caisse permet de remplir d'eau l'espace resté vide, et un tuyau placé sur le fond à l'extrémité opposée permet l'écoulement du liquide de lavage qui est conduit dans la citerne des jus faibles de la cuverie. Cette eau contient une faible quantité de tartrate dissous et aussi un peu de tartrate en suspension ; elle est employée au même usage que les petits jus.

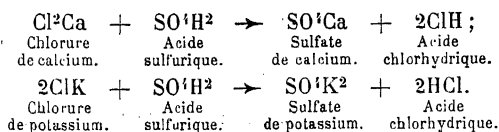
Il est nécessaire de laver le tartrate jusqu'à l'épuisement complet des chlorures qui l'imprègnent afin d'éviter la formation de l'acide chlorhydrique qui se produirait par l'action de l'acide sulfurique lors de la décomposition du tartrate.

On aurait en effet :

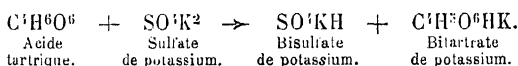
$$Cl^2Ca + SO^4H^2 \rightarrow SO^4Ca + 2ClH;$$

Chlorure de calcium. — Acide sulfurique. — Sulfate de calcium. — Acide chlorhydrique.

$$2ClK + SO^4H^2 \rightarrow SO^4K^2 + 2HCl.$$

Chlorure de potassium. — Acide sulfurique. — Sulfate de potassium. — Acide chlorhydrique.

Dans ce dernier cas, il y aurait de plus une formation de bitartrate de potassium par la réaction de l'acide tartrique sur le sulfate de potassium, comme aussi par l'action du sulfate de potassium et de l'acide sulfurique sur le tartrate de calcium :

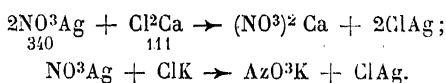
$$C^4H^6O^6 + SO^4K^2 \rightarrow SO^4KH + C^4H^5O^6HK.$$

Acide tartrique. — Sulfate de potassium. — Bisulfate de potassium. — Bitartrate de potassium.

Ces divers composés accumuleraient des impuretés dans les eaux-mères et les rendraient bientôt impropres pour de nouvelles cristallisations.

On reconnaît que le tartrate est suffisamment lavé lorsqu'un essai au nitrate d'argent n'accuse pas plus de 1 à 2 0/0 de chlorures exprimés en chlorure de calcium.

On se sert d'une solution de NO^3Ag telle que 1 centimètre cube de liqueur = 0,005 Cl^2Ca. On pèse 10 grammes de tartrate humide égoutté que l'on a pris sur la caisse à examiner et on le met dans un verre avec 50 centimètres cubes d'eau distillée. On ajoute quelques gouttes d'une solution de chromate de potassium (25 grammes par litre) pour colorer en jaune; puis, au moyen d'une burette graduée, on verse goutte à goutte la liqueur de nitrate d'argent jusqu'au virage rouge brique qui indique le point de saturation :

$$\underset{340}{2NO^3Ag} + \underset{111}{Cl^2Ca} \rightarrow (NO^3)^2Ca + 2ClAg;$$

$$NO^3Ag + ClK \rightarrow AzO^3K + ClAg.$$

Pour 10 grammes de tartrate, on ne doit pas employer plus de 3 centimètres cubes de liqueur d'argent, ce qui correspond à 0,015 $CaCl^2$ ou $8^g,15$ de chlore compté en Cl^2Ca 0/0.

Pour obtenir une liqueur de nitrate d'argent, dont 1 centimètre cube correspond à $0^{gr},005$ de Cl^2Ca ou $1,000^{cm3}$ = 5 grammes de Cl^2Ca, on mettra dans un litre d'eau un poids de nitrate d'argent égal à :

$$\frac{340}{111} \times 5 = 15^g,315 \text{ de } NO^3Ag.$$

Lorsque le tartrate de calcium est convenablement lavé, on le met en tas sur le filtre pour le laisser égoutter et on le porte directement dans la cuve à décomposition. Ce tartrate renferme de 30 à 40 0/0 d'humidité; il titre de 70 à 85 0/0 de pureté sur le sec. Il est d'autant plus pur qu'il provient de matières premières plus riches.

CHAPITRE II

CHOIX D'UN PROCÉDÉ POUR L'OBTENTION DU TARTRATE DE CALCIUM

Nous ne parlerons pas des procédés synthétiques parce qu'ils sont restés dans le domaine du laboratoire. Nous ne pouvons pas davantage porter un jugement sur la valeur pratique du procédé Gladysz, celui-ci n'étant appliqué que chez Mante et Cie, à Marseille, et les résultats en ayant été tenus secrets.

Nous nous limiterons par conséquent à l'examen comparatif du procédé neutre et de celui acide avec ses variantes.

Le procédé neutre est employé surtout en Allemagne. Il ne convient guère pour l'Italie ni pour le Midi de la France, à cause de la température plus élevée qui règne dans ces pays, laquelle déterminerait bientôt la fermentation des matières organiques des lies déjà facilitée par l'alcalinité ou la faible acidité du liquide après le traitement par la chaux et le chlorure de calcium. Cette fermentation, quand elle se produit, donne lieu à de graves inconvénients. L'acide carbonique dégagé par les ferments entretient constamment le liquide en agitation et empêche la lie de se déposer. Comme on ne peut plus arrêter cette fermentation, qui au contraire se fait de plus en plus active, on est obligé de siphonner les liquides troubles pour pouvoir retirer le tartrate le plus tôt possible, et ceci constitue une perte non indifférente en acide tartrique.

Un autre inconvénient que l'on rencontre dans ce procédé est la grande quantité d'eau qui est nécessaire pour la lévigation des lies épuisées.

Pour 1.500 kilogrammes de lies à traiter, on emploie d'abord 120 hectolitres ou 12.000 litres d'eau. Si cette lie titre par exemple 24 0/0 d'acide tartrique, la charge contiendra 360 kilogrammes d'acide tartrique ou :

$$\frac{260}{150} \times 360 = 620 \text{ kilogrammes de tartrate de calcium sec}$$

ou 1.000 kilogrammes de tartrate à 40 0/0 d'eau.

Si on admet que chaque siphonnage clair enlève la moitié du volume de la cuve que l'on remplace ensuite par de l'eau claire et si on compte huit lavages, on aura employé pour une charge un volume d'eau égal à :

Eau de dissolution..................	12.000 litres
8 lavages à 6.000 litres..............	48.000 —
Soit..........	60.000 litres

pour 1.000 kilogrammes de tartrate humide.

Or, même avec le plus grand soin, on ne peut éviter l'entraînement d'un peu de tartrate de chaux dans les siphonnages, et d'autre part l'eau-mère et les eaux de lavage en dissolvent toujours une petite quantité, ce qui constitue par conséquent une perte de fabrication appréciable.

Enfin un contrôle sévère ne peut guère s'exercer d'une façon continue, puisque les lavages se font sans interruption de nuit comme de jour.

La plupart des inconvénients que l'on rencontre dans le procédé neutre sont évités dans celui acide. Avec ce procédé, on se met facilement à l'abri des fermentations, et si parfois on en rencontre quelques symptômes, il suffit de mettre dans les liquides suspects un petit excès d'acide chlorhydrique pour l'arrêter complètement.

Le lavage du tartrate se fait très simplement avec une quantité d'eau relativement faible, puisque ce lavage a seulement pour but d'enlever les chlorures qui imprègnent le tartrate, tandis que dans le procédé neutre il doit en outre emporter toutes les impuretés et les résidus de la lie.

On reproche au procédé acide la quantité relativement grande de liquide à saturer pour précipiter le tartrate de chaux, ce liquide entraînant toujours, soit mécaniquement, soit dissous, une certaine quantité de tartrate, et on lui reproche aussi de nécessiter une filtration pour séparer et éliminer le tourteau. Ces deux objections n'ont qu'une valeur relative.

Il est vrai que, pour obtenir 1.000 kilogrammes de tartrate à 30-40 0/0 d'humidité, on doit saturer moyennement 20.000 litres de liquide ; mais le lavage de cette quantité de tartrate sur toile se fait avec seulement 15 à 16.000 litres d'eau que l'on utilise de nouveau dans la fabrication, et en somme on ne rejette aux résidus que le liquide de saturation, soit 20.000 litres. Mais nous avons vu que dans le procédé neutre le total des eaux résiduelles provenant soit de la saturation, soit de la lévigation, se montait à 60.000 litres pour la même production de tartrate ; la comparaison irait donc à l'avantage du procédé acide. Quant à la filtration nécessaire pour séparer le tourteau, c'est une opération qui est compensée par le prix du tourteau vendu comme engrais.

Par conséquent nous n'hésitons pas à donner la préférence au procédé acide pour le traitement des lies dans les climats tempérés ou chauds. On aura de plus l'avantage de pouvoir traiter des matières premières très pauvres et principalement les résidus de fabrication de la crème, tels que les sablons rouges et les boues qu'il serait impossible de traiter par le procédé neutre.

Ceci posé, nous devons examiner les diverses méthodes d'application du procédé acide :

I. Par filtration directe des cuites de lies préalablement passées dans un autoclave à vapeur et épuisement des tourteaux par lavage dans les filtres (système Dietrich) ;

II. Par filtration directe des cuites de lies préalablement torréfiées à sec et épuisement des tourteaux par lavage dans les filtres ;

III. Par décantation et épuisement des cuites de lies sans traitement préalable et ensuite filtration du tourteau épuisé.

Le procédé Dietrich, qui consiste à soumettre les lies réduites en bouillie à une cuite sous pression de 3 à 4 atmosphères pendant plusieurs heures dans un autoclave à vapeur pour détruire les matières visqueuses qu'elles contiennent, convient parfaitement au traitement des lies fraîches qu'il serait presque impossible de travailler sans cette opération préalable. Mais, avec les lies sèches, son action est généralement insuffisante ; elle est même presque nulle sur certaines qualités de lie, principalement sur les lies espagnoles. En somme, le procédé Dietrich rend possible la filtration des lies fraîches, qui se comportent alors comme les lies sèches non torréfiées, mais il n'apporte pas un changement suffisant à la nature des lies sèches pour qu'on puisse l'adopter dans une grande industrie où l'on doit rechercher la brièveté des filtrations et la facilité du lavage pour épuiser le tourteau.

Nous sommes donc en présence de deux méthodes : méthode de la filtration avec lies préalablement torréfiées à sec et méthode de la décantation avec lies sèches moulues sans autre préparation.

L'une et l'autre ont des avantages et des inconvénients.

Avec la première on est obligé d'introduire dans la fabrication une opération supplémentaire : la torréfaction des lies. Cette opération coûte environ 0 fr. 80 par 100 kilogrammes de lie en comptant le combustible, la main-d'œuvre et la force motrice. On doit y ajouter de 2 à 3 0/0 de perte d'acide tartrique.

Mais le travail successif est bien simplifié. La bouillie des cuves à cuites passe directement dans les filtres-presses, et l'épuisement des tourteaux se fait rapidement en employant une quantité relativement faible d'eau de lavage.

Pour une cuite de 1.000 kilogrammes de lie, le volume du liquide de

premier jet est d'environ 2.000 litres; les lavages forts, supérieurs à 2° B., que l'on réunit au liquide de premier jet, représentent un égal volume. Enfin le volume des liquides faibles que l'on emploie pour de nouvelles dissolutions est de 6.000 litres.

L'ensemble des liquides de premier jet et les jus forts jusqu'à 4° contiennent de 40 à 50 grammes d'acide tartrique par litre. Les petits jus n'en contiennent que 4 à 5 grammes.

Dans le procédé par décantation, on obtient pour 1.000 kilogrammes de lie environ 5.000 litres de liquide de premier jet et 5.000 litres de lavages forts dont le mélange correspond à une teneur de 25 à 30 0/00 d'acide tartrique. On doit par conséquent, pour un même poids de tartrate de chaux à obtenir, saturer avec ce procédé un volume de liquide double de celui résultant du procédé par filtration, et la plus grande perte par entraînement ou par dissolution du tartrate de chaux qui en résulte est à peu près égale à la perte que donne la torréfaction de la lie sèche.

On pourrait pourtant objecter que l'usure des serviettes des filtres est bien plus rapide en filtrant les liquides acides des cuites qu'en filtrant les tourteaux épuisés par décantation; mais la dépense des serviettes est largement compensée par une plus grande simplicité du matériel et des manipulations.

En résumé, pour l'installation d'une fabrique d'acide tartrique travaillant plus spécialement des lies, on devra appliquer le procédé acide avec filtration directe des cuites et lavage du tourteau dans les filtres; mais on fera préalablement la torréfaction à sec des lies.

Si on ne devait pas faire cette torréfaction, on appliquerait le procédé acide par décantation.

Enfin on appliquerait ce même procédé acide par la décantation si la fabrication de l'acide tartrique était une annexe de la fabrication de la crème de tartre destinée à traiter seulement les sablons, boues et autres substances résiduelles.

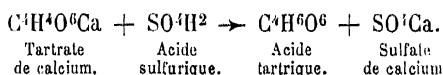
TROISIÈME PARTIE

CRISTALLISATION DE L'ACIDE TARTRIQUE

CHAPITRE PREMIER

OBTENTION DE LA LIQUEUR TARTRIQUE

Décomposition du tartrate de calcium. — Le tartrate de calcium lavé et égoutté est décomposé par l'acide sulfurique et transformé en sulfate de calcium qui précipite et en acide tartrique qui reste en dissolution :

$$\underset{\text{Tartrate de calcium.}}{C^4H^4O^6Ca} + \underset{\text{Acide sulfurique.}}{SO^4H^2} \rightarrow \underset{\text{Acide tartrique.}}{C^4H^6O^6} + \underset{\text{Sulfate de calcium}}{SO^4Ca.}$$

Cette décomposition se fait à chaud vers 70° de température, dans une cuve en bois doublée de plomb munie d'un agitateur également en bois et d'un barboteur à vapeur. On emploie l'acide sulfurique à 58° B. étendu avec cinq à six fois son volume d'eau ou de petits jus de lavage.

On met d'abord la quantité convenable d'eau ou de petit jus, puis une quantité approximative d'acide sulfurique à 58° que l'on fait égale au poids de carbonate de chaux employé pour la saturation, ou bien égale à la moitié du tartrate de chaux supposé sec. On met l'agitateur en marche, on chauffe et on verse peu à peu le tartrate de chaux qui se décompose au fur et à mesure qu'il tombe dans le liquide de la cuve.

Après que tout le tartrate a été mis, on continue le chauffage et l'agitation pendant une demi-heure et on procède à un essai pour reconnaître si la quantité d'acide sulfurique est suffisante pour décomposer tout le tartrate.

Un excès d'acide sulfurique est nécessaire pour dissoudre les impuretés et favoriser la granulation de l'acide tartrique dans les appareils à concentrer. Cet excès doit être de 3 à 3,5 0/0 sur l'acidité totale du liquide calculée en acide tartrique. On ne doit pas dépasser ces limites, car

une quantité trop forte d'acide sulfurique dans les eaux-mères occasionnerait des pertes par décomposition de l'acide tartrique.

L'essai pour le réglage et la mise au point de la décomposition peut se faire de deux manières : pratiquement et sur place, ou au laboratoire.

L'essai pratique se fait de la façon suivante :

On prend un tube à essai de 0^m,02 à 0^m,03 de diamètre, portant à sa partie inférieure deux traits de graduation marquant des capacités de 5 centimètres cubes chacune. Au moyen d'une éprouvette, on prélève dans la cuve un échantillon du liquide à essayer, on en filtre 5 centimètres cubes que l'on met dans le tube à essai, on ajoute 5 centimètres cubes de liqueur de chlorure de calcium à 20 0/0 environ et on chauffe à l'ébullition. Le chlorure de calcium dans une solution saturée de sulfate de chaux ne donne un précipité qu'avec l'acide sulfurique libre. Après repos, on doit avoir au fond du tube à essai un précipité franc, bien séparé, de sulfate de chaux atteignant un volume de 1/4 de centimètre cube environ.

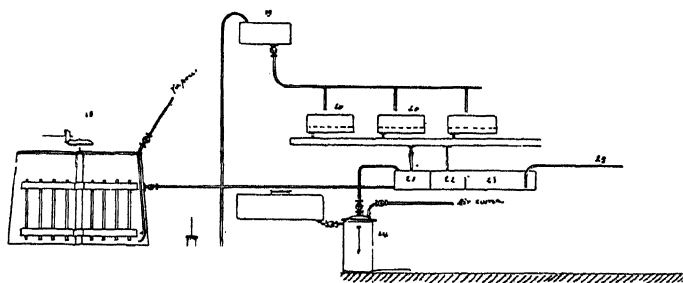



Fig. 61. — Décomposition du tartrate de chaux.

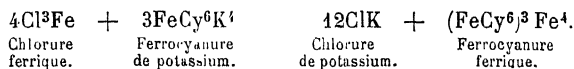
Si on n'avait aucun précipité, cela indiquerait que l'acide sulfurique est en quantité insuffisante et qu'il reste du tartrate indécomposé, ou tout au moins que cette quantité est exactement celle correspondant à la décomposition du tartrate sans excès, et on devrait en ajouter une nouvelle quantité. Si au contraire le précipité était trop abondant, on ajouterait une quantité convenable de tartrate qui ramènerait cet excès à sa valeur déterminée. Ceci est le réglage industriel de la décomposition ; il répond suffisamment aux besoins et correspond à l'excès nécessaire de 3 à 3,5 0/0.

Nous donnons à la cinquième partie (p. 329) les détails du réglage au laboratoire.

Lorsque la décomposition est bien réglée, on met dans la cuve 7 kilogrammes de noir animal en pâte par 1.000 kilogrammes de tartrate humide décomposé ; on attend que ce noir ait terminé son action décolorante, ce qui demande environ dix minutes, puis on ajoute une

dissolution de ferrocyanure de potassium à raison de 3 kilogrammes par 1.000 kilogrammes d'acide sulfurique employé dans la décomposition pour éliminer les sels de fer contenus dans cet acide, qui sont ainsi précipités à l'état de ferrocyanure ferrique ou bleu de Prusse.

Les sels de fer se trouvent, dans le cas qui nous occupe, sous différents états; de sorte que les réactions avec le prussiate de potassium sont multiples. Avec du chlore ferrique, par exemple, on aurait la réaction suivante :

$4Cl^3Fe$	+	$3FeCy^6K^4$		$12ClK$	+	$(FeCy^6)^3Fe^4$.
Chlorure ferrique.		Ferrocyanure de potassium.		Chlorure de potassium.		Ferrocyanure ferrique.

Quand toutes ces matières ont été mises dans la cuve, on laisse tourner l'agitateur pendant un quart d'heure encore pour que la réaction soit complète et, soit directement, soit au moyen d'une pompe suivant la disposition des lieux, on envoie toute la masse dans un récipient qui la distribue dans des caisses filtrantes qui retiennent le sulfate de chaux et le séparent de la liqueur tartrique. Ce sulfate est ensuite lavé à l'eau chaude jusqu'à neutralité au papier de tournesol.

Dans la décomposition, il est important de maintenir la température entre les limites de 65 et 75° C. qu'il ne faut pas dépasser. Au-dessous de 65°, la décomposition n'est pas complète; au-dessus, on a une combustion partielle des matières organiques qui noircit les liquides. La température la plus convenable serait celle de 70° C.

Filtration et lavage du sulfate de calcium. — La filtration du liquide de la décomposition pourrait se faire dans des filtres-presses munis d'un dispositif de lavage pour l'épuisement jusqu'à neutralité du tourteau de sulfate de calcium, de même que l'on pourrait se servir de ces mêmes filtres pour la séparation et le lavage du tartrate de calcium. Mais souvent on préfère employer dans les deux cas les caisses ouvertes avec double fond en lames de parquet cannelées recouvertes d'une toile filtrante. La répugnance que l'on rencontre chez les industriels pour employer les filtres-presses pour la séparation et le lavage du sulfate ou du tartrate de calcium provient du fait qu'il arrive souvent que des crevasses se produisent dans les gâteaux enfermés dans les filtres, et l'eau de lavage rencontrant une issue libre passe toute au même endroit sans produire par conséquent le lavage de la masse. Pourtant cet inconvénient peut être éliminé en augmentant la pression dans les filtres, que l'on peut porter sans danger jusqu'à 2 atmosphères

Quel que soit le système de filtre employé, le lavage se fait toujours à l'eau chaude pour favoriser la dissolution de l'acide tartrique.

Le liquide de premier jet qui sort du filtre marque de 17° à 19° B. et

contient environ 190 grammes d'acide tartrique par litre. On y réunit tous les lavages supérieurs à 4° B. et l'ensemble contient 130 grammes d'acide tartrique par litre. La masse des liquides inférieurs à 4° B. contient 18 grammes 0/00 d'acide tartrique ; ces derniers servent pour la dilution de l'acide sulfurique employé dans la décomposition ; on peut s'en servir aussi très utilement pour les premiers lavages du sulfate d'une opération suivante.

En se servant de caisses filtrantes ouvertes, on doit, lorsque le liquide de premier jet s'est séparé du sulfate, les travailler soigneusement avec une spatule en bois en faisant d'abord une série d'incisions très rapprochées les unes des autres sur toute la surface du sulfate, et lissant ensuite parfaitement de façon à ne pas avoir de crevasses ou de trous par lesquels les eaux de lavage s'échapperaient directement sans avoir produit d'effet utile. Le sulfate forme une couche de $0^m,10$ à $0^m,12$ d'épaisseur. Son épuisement est plus ou moins difficile selon que le tartrate de chaux était plus ou moins mélangé d'impuretés. On fait environ vingt à vingt-cinq lavages à l'eau chaude.

On estime que le sulfate est épuisé lorsqu'il ne donne plus de réaction acide au papier tournesol ou quand un essai alcalimétrique n'indique plus que 0,1 à 0,15 d'acidité pour 100 grammes de sulfate de chaux humide. Il est alors enlevé et jeté aux résidus.

Pour l'essai alcalimétrique on se sert d'une liqueur $\frac{1}{5}$ normale de potasse contenant par conséquent $\frac{56,1}{5} = 11^{gr},22$ de potasse par litre ou $0^{gr},01122$ par centimètre cube. La quantité d'acide tartrique ne devra pas dépasser 0,15 0/0 ou 0,015 pour 10 grammes de l'échantillon.

150 d'acide tartrique correspondent à $(2 \times 56,1) = 112,2$ de potasse. On ne devra donc pas employer dans cet essai une quantité de liqueur supérieure à :

$$\frac{112,2 \times 0,15 \times 10}{2 \times 75} = 0^{cm3},8 \text{ à } 1^{cm3},2 \text{ de liqueur } \frac{1}{5} \text{ normale.}$$

L'écoulement des liquides filtrés se fait dans une nochère à deux compartiments dont un sert pour les liquides de premier jet et les lavages supérieurs à 4° et l'autre pour les petits jus. Cette nochère conduit les liquides dans une grande caisse à deux compartiments où ils sont tenus séparément. Les jus forts sont aspirés directement par le tube de charge de l'appareil à concentrer. Les jus faibles sont employés pour diluer l'acide d'une nouvelle décomposition ou comme premier liquide de lavage.

CHAPITRE II

CONCENTRATION ET GRANULATION

L'ensemble des liquides de premier jet et des eaux de lavages supérieures à 4° B. possède une densité de 14 à 15° B. et contient 130 grammes environ d'acide tartrique par litre. Ce liquide renferme une forte quantité de sulfate de calcium dissous, qui se sépare facilement du liquide lorsque celui-ci est concentré jusqu'à 25-30° B. Cette concentration se fait dans un appareil à évaporer dans le vide dit *évaporateur*, qui puise le liquide directement dans la caisse au moyen d'un tuyau d'aspiration.

Le liquide concentré à 25-30° est coulé dans un monte-jus en cuivre qui l'envoie dans de grandes cuves de dépôt en bois doublées de plomb placées à la partie supérieure de l'atelier d'où il se rend dans les filtres-presses à plateaux chambrés, garnis de serviettes en poils de chameau, qui retiennent le sulfate de calcium. Le liquide filtré s'écoule dans une grande caisse plombée où il est repris par un deuxième appareil à évaporer dans le vide, dit à *granuler*, qui pousse sa concentration jusqu'à 45-50° B., c'est-à-dire jusqu'à l'apparition de petits grains cristallins que l'on aperçoit à travers une glace placée sur l'appareil. On ouvre alors la valve de décharge placée sur le fond de l'appareil ; la masse cuite coule d'abord dans un entonnoir en cuivre et, de là, dans une nochère en bois doublée de plomb qui la conduit dans des caisses où, par différence de densité, le granulé se sépare des eaux-mères.

La masse cuite est laissée en repos pendant douze heures. Il se forme sur le fond de la caisse une pâte compacte, à cristallisation très menue, sur laquelle vient surnager une couche visqueuse d'eau-mère chargée de sulfate de chaux et d'autres impuretés. On enlève cette eau-mère pendant qu'elle est encore à une température de 40° C. On gratte la couche de granulé à vif pour bien enlever toute l'eau-mère, puis on laisse refroidir. Le granulé est alors relevé en mottes sur la caisse pour le laisser égoutter. C'est le *granulé de première*. Il est coloré en jaune clair et renferme des impuretés laissées par l'eau-mère. Après avoir été

turbiné et lavé, on le redissout pour le décolorer et le purifier, et, après une nouvelle concentration du liquide blanc, on en retire par cristallisation l'acide tartrique commercial.

Les appareils à évaporer sont en plomb durci à 8 à 10 0/0 d'antimoine.

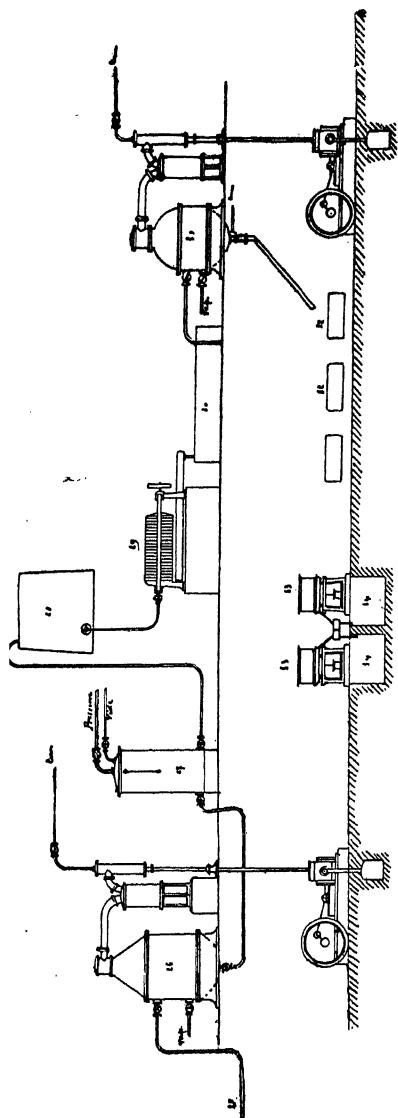



Fig. 62. — Concentration et granulation.

L'évaporateur porte à l'intérieur deux serpentins concentriques qui montent parallèlement au corps cylindrique. Ces serpentins sont en plomb avec âme de cuivre ; ils reçoivent l'un et l'autre la vapeur directe venant des chaudières.

L'appareil à granuler ne possède qu'un seul serpentin qui se développe contre la paroi cylindrique et se termine en colimaçon sur le fond de l'appareil.

Les vapeurs se dégagent par la partie supérieure de ces appareils au moyen d'un tube à grande section qui communique avec un condenseur. Ce tube porte en outre un vase de sûreté, appelé brise-mousse, dont la fonction est de retenir les parcelles de liquide qui sont entraînées hors de l'appareil quand l'ébullition est trop active avec un niveau de liquide élevé.

On met dans l'évaporateur une première charge de liquide à 14-15° B. que l'on réduit à moitié par l'évaporation ; puis on recharge par-dessus une nouvelle quantité de liquide et on réduit à la même hauteur. La masse du liquide ainsi réduite à $\frac{1}{3}$ de son volume primitif marque 27-28°. Cette évaporation s'opère sous un vide de 70-72 centimètres de mercure, à la température de 70-75° C. Cette première concentration au $\frac{1}{3}$ du volume primitif a pour but de

de faciliter la séparation du sulfate de chaux qui est dissous dans la liqueur acide. Une partie de ce sulfate se précipite dans l'appareil même, ce qui oblige à des nettoyages périodiques. L'autre partie se dépose dans les cuves de dépôt des liquides à filtrer ou bien est retenue par les filtres-presses. Le liquide filtré est repris par l'appareil à granuler.

L'évaporation dans l'appareil à granuler se fait également sous un vide de 70-72 centimètres de mercure à la température de 70-75° C. Mais, dès que le granulé a fait son apparition (ce que l'on aperçoit à travers une glace placée sur l'appareil), on baisse la température à 60° et on continue ainsi jusqu'à la fin de l'opération. Cet abaissement de température, en même temps que l'agitation de la masse du liquide produite par les bouillonnements de l'évaporation, facilite et active la granulation.

A mesure que l'on s'approche vers la fin de l'opération (environ trente à quarante-cinq minutes après l'apparition du granulé), on voit disparaître la mousse qui recouvrait le liquide et l'agitation diminue jusqu'à devenir très faible ; on arrête alors la vapeur, on enlève le vide et on coule le liquide, qui se trouve concentré à 45° B. dans une caisse plombée où il granule complètement et se prend en masse. On laisse refroidir pendant douze heures.

Pour une fabrication de peu d'importance, on pourrait se contenter d'installer un seul appareil pour évaporer et granuler.

On choisirait dans ce cas un évaporateur à deux serpentins qui pousserait la concentration jusqu'à granulation, après avoir fait cinq, six et même huit recharges successives, suivant la concentration du liquide de la décomposition.

La granulation est une opération délicate qu'il convient de mener lentement et de surveiller de près pour l'arrêter au point voulu. Elle ne doit pas être poussée trop loin, car l'acide sulfurique, provenant de l'excès ajouté lors de la décomposition, formerait avec le sulfate de chaux qui se trouve toujours dissous dans le liquide et l'acide non granulé une sorte de liquide visqueux, difficile à éliminer, qui envelopperait les grains cristallins et empêcherait leur lavage.

Il arrive parfois que l'écume produite sur la surface du liquide est tellement abondante qu'elle remplit l'espace vide de l'appareil et empêche de surveiller l'opération. Quand le fait se présente, on se contente d'introduire par un robinet à entonnoir placé sur l'appareil une petite quantité (200 grammes environ) d'huile d'olive qui fait tomber cette écume.

Les caisses de refroidissement du granulé doivent être de dimensions telles qu'une caisse reçoive toute la charge d'une opération.

L'eau-mère est diluée, filtrée et évaporée et donne un nouveau granulé plus impur que l'on appelle *granulé de seconde*.

CHAPITRE III

DISSOLUTION DU GRANULÉ

Dissolution et décoloration. — La dissolution du granulé de *première* qui donnera le liquide blanc de la cristallisation finale se fait à l'eau chaude dans une cuve doublée de plomb munie d'un barboteur de vapeur.

On verse dans la cuve une certaine quantité d'eau, du noir animal, et l'on porte au moyen de la vapeur à une température de 70-75° environ; puis on verse le granulé par portions de 20 kilogrammes à la fois environ pendant que deux hommes armés de rames en pitchpin agitent constamment la masse pour faciliter la dissolution. On verse du granulé jusqu'à ce que la solution marque 28-30° B. à chaud. A ce moment on ajoute du prussiate de potasse pour éliminer le fer et, s'il est nécessaire, une quantité convenable d'acide sulfurique pour en conserver dans le liquide un excès de 2,5 à 3 0/0.

Cet excès d'acide sulfurique est absolument nécessaire : d'abord, il augmente la solubilité de l'acide, ce qui permet de porter la solution à un plus haut degré de concentration ; ensuite, il entretient pendant la cristallisation une température convenable qui rend cette cristallisation plus lente et concourt ainsi à la formation de beaux cristaux.

Pendant tout le temps que dure l'opération, on doit, au moyen d'un ringard en bois, brasser énergiquement le liquide non seulement pour aider à la dissolution, mais encore pour faciliter la décoloration. Pour ce même motif on ne devra pas descendre au-dessous de la température de 75°, qui est la plus convenable pour l'action du noir. Enfin on obtiendrait un meilleur résultat si on faisait un bon remontage, au moyen d'une pompe qui prendrait le liquide au bas de la cuve et le déverserait à sa partie supérieure.

Vers la fin de l'opération, on s'assurera par des prises d'échantillons que la décoloration est complète et que le prussiate a été mis en quantité exacte. L'adjonction de quelques gouttes de prussiate dans un échantillon du liquide filtré doit donner une teinte légèrement bleutée. Une teinte franchement bleue indiquerait un défaut de réactif. Si au contraire

la teinte était bleu grisâtre et ne variait pas en ajoutant du prussiate, ou bien si le liquide donnait une coloration bleue ou verte avec le chlorure de fer, cela indiquerait un excès de réactif qui doit être absolument évité.

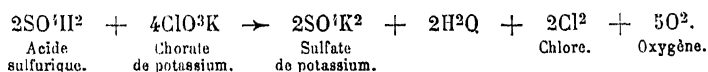
La température ne doit pas s'élever au delà de 70-75°, car en présence de l'acide tartrique le précipité de ferrocyanure de fer pourrait se décomposer en dégageant de l'acide cyanhydrique. Lorsque la dissolution est à point, on l'envoie dans une cuve placée à la partie supérieure de l'atelier, d'où elle descend dans un filtre pour être séparée du noir, du sulfate de chaux et des autres insolubles.

Le liquide filtré est blanc. On le reçoit dans une caisse rectangulaire plombée où il est repris par un appareil à évaporer dans le vide que l'on appelle *appareil du blanc*, pour le distinguer des appareils à granuler, mais qui est semblable à ceux-ci. Le liquide blanc est concentré jusqu'à 40° B. à chaud, c'est-à-dire jusqu'à apparition du granulé, et on le coule dans une cuve munie d'un serpentin de vapeur où il est traité par le chlorate de potasse.

Traitement par le chlorate de potassium. — La cuve à chlorate doit être d'une capacité suffisante pour recevoir deux opérations de l'appareil des blancs.

Au moyen d'un serpentin à vapeur, on porte la température à 85° et on jette à la main le chlorate de potasse de façon à le répandre sur toute la surface du liquide pendant qu'un ouvrier brasse constamment.

Le chlorate de potasse décomposé par l'acide sulfurique en excès laisse dégager du chlore qui décolore et de l'oxygène qui produit la combustion des matières organiques :

$$\underset{\text{Acide sulfurique.}}{2SO^4H^2} + \underset{\text{Chorate de potassium.}}{4ClO^3K} \rightarrow \underset{\text{Sulfate de potassium.}}{2SO^4K^2} + 2H^2O + \underset{\text{Chlore.}}{2Cl^2} + \underset{\text{Oxygène.}}{5O^2}.$$

Lorsque le traitement est terminé, le liquide a une teinte jaune verdâtre. On porte alors la température à 90° et on examine la densité du liquide qui doit marquer 39°,5 B. Si la densité était plus forte, on ajouterait de l'eau ; si elle était plus faible, on laisserait évaporer la solution ou bien on ajouterait quelques criblures de cristaux blancs ou un peu de granulé bien blanc.

On laisse reposer pendant deux heures environ. Les impuretés les plus denses, composées de sulfate de calcium et aussi de bitartrate de potasse formé par les réactions multiples de l'acide sulfurique et du chlorate de potasse, se déposent au fond de la cuve, tandis que les autres remontent à la surface d'où elles sont enlevées au moyen d'une écumoire faite avec de la toile métallique de cuivre à mailles très serrées.

On coule ensuite la liqueur dans des nochères de cuivre qui la conduisent dans les cristallisoirs.

CHAPITRE IV

CRISTALLISATION ET EMBALLAGE

Cristallisation. — Les cristallisoirs pour l'acide tartrique sont des récipients de forme tronc-pyramidale, en plomb de 8 millimètres d'épaisseur, placés dans de fortes caisses de bois.

Le refroidissement doit se faire lentement. L'excès d'acide sulfurique que l'on conserve dans les liqueurs a précisément pour but de faciliter cette cristallisation lente en maintenant le liquide à une température convenable.

Après la coulée, et lorsque les premières vapeurs se sont dégagées des cristallisoirs, il commence à se former sur la surface du liquide une peau cristalline que l'on doit conserver intacte jusqu'à la fin de la cristallisation, car elle a le double avantage d'augmenter la surface cristallisante et de ralentir le refroidissement de la masse liquide, ce qui donne des cristaux plus beaux et plus volumineux. D'ailleurs, pour mieux conserver cette peau, on doit, aussitôt qu'elle est formée, c'est-à-dire deux heures environ après la coulée, recouvrir les cristallisoirs au moyen de panneaux en planches minces revêtus de toile d'emballage.

Pour augmenter les centres de cristallisation, on suspend dans les cristallisoirs des baguettes ou lames de plomb de $0^m,10$ à $0^m,12$ de largeur et 3 millimètres d'épaisseur qui descendent jusqu'à $0^m,20$ du fond.

Le refroidissement d'un cristallisoir dure environ douze jours. Souvent en hiver, pour éviter un refroidissement trop rapide qui donnerait une cristallisation menue, on entoure les cristallisoirs avec des toiles de sacs remplies de pailles, et on calfeutre soigneusement l'atelier de cristallisation.

Vidange des cristallisoirs. — Pour vider un cristallisoir, on commence par enlever au moyen d'une pompe ou d'un monte-jus l'eau-mère froide que l'on envoie dans une cuve à dissolution pour y être traitée comme nous le dirons dans le chapitre suivant.

On retire ensuite les baguettes de plomb que l'on place verticalement sur un égouttoir et puis sur un *cassoir* (sorte de caisse de bois doublée de plomb montée sur quatre pieds) où un homme, au moyen d'une massette en cuivre, en détache les cristaux adhérents.

Les cristaux attachés aux parois des cristallisoirs sont enlevés par plaques au moyen de coins en bois, et ceux du fond sont détachés avec une pince en cuivre.

Tous ces cristaux sont agglomérés ; on les sépare les uns des autres au moyen d'un maillet en bois, en ayant soin de les pulvériser le moins possible et de leur conserver le meilleur aspect.

Un cristallisoir tronc-pyramidal de 3.500 litres de capacité rend de 900 à 1.000 kilogrammes d'acide cristallisé se décomposant comme suit :

Baguettes 350 à 400^{kg}
Côtés.... 450 à 500
Fonds... 100 à 150

Les peaux fournissent les cristaux les plus purs ; on peut même les considérer comme chimiquement purs. Puis viennent comme degré de pureté les baguettes, les côtés et enfin les fonds.

Ces derniers cristaux sont menus et contiennent souvent des parties colorées qu'il est nécessaire de trier en les tamisant.

Ces diverses qualités d'acide sont tenues séparées.

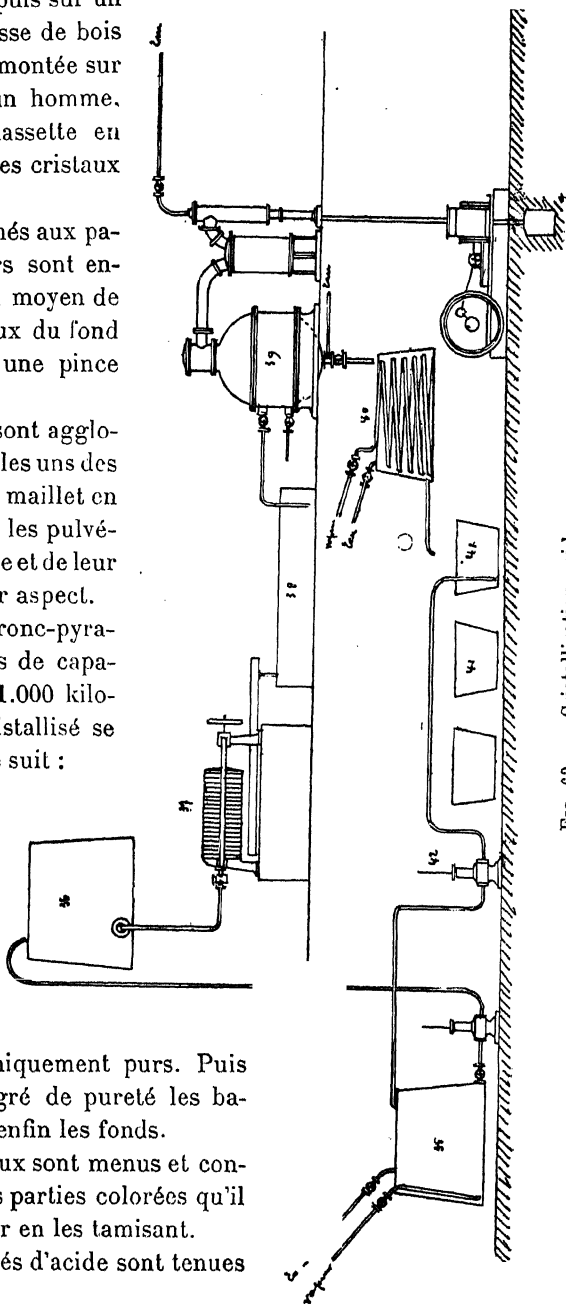



FIG. 63. — Cristallisation acide.

Turbinage, séchage et emballages. — Les cristaux, après leur cassage, sont passés à la turbine pour y être lavés et séchés. Le lavage se fait à l'eau froide ; on en emploie le moins possible. En sortant de la turbine, ces cristaux sont portés dans une étuve chauffée à 30-35° pour terminer leur dessiccation. On tient séparément les cristaux des fonds, des côtés et des baguettes.

Quand l'acide est suffisamment sec, on procède au criblage, qui en sépare les morceaux trop menus. Les cribles sont en cuivre avec des trous de 4 millimètres de diamètre.

Les criblures sont généralement vendues telles quelles, mais souvent on les réduit en poudre et même, quand il s'en accumule trop, on les refond dans une opération de blancs.

On doit compter 15 kilogrammes de criblures pour 100 kilogrammes d'acide venant des cristallisoirs.

L'acide tartrique est expédié généralement en caisses de 50 et 100 kilogrammes. On a le soin de garnir les parois intérieures de ces caisses d'une feuille de papier bleu, qui donne un meilleur aspect aux cristaux et en fait ressortir la blancheur.

La liqueur tartrique, au moment de son coulage dans les cristallisoirs, contient environ 900 grammes d'acide tartrique par litre ; 1.000 litres de cette liqueur donnent 400 kilogrammes d'acide emballé, c'est-à-dire : $\frac{400 \times 100}{900} = 44$ kilogrammes d'acide cristallisé pour 100 kilogrammes d'acide total en dissolution.

L'eau-mère refroidie contient environ 700 grammes d'acide par litre. De 1.000 litres de liqueur à 900 grammes par litre, on retire après cristallisation :

Acide cristallisé	400^{kg}
700 litres d'eau-mère à 700 grammes 0/00	490
Égout et lavage des turbines, 60 litres à 500 grammes par litre	30
Environ	920^{kg}

Pour que l'excès d'acide sulfurique soit sans action sur l'acide tartrique, les évaporations et les concentrations dans les appareils à vide doivent se faire à une température ne dépassant pas 70° C, sous un vide de $0^{m},72$ de mercure. A une température plus élevée, il se formerait de l'acide tartrique inactif qui resterait dissous dans les résidus de fabrication sans qu'on puisse en récupérer l'acide tartrique équivalent.

CHAPITRE V

TRAITEMENT DES EAUX-MÈRES ET LIQUIDES DE TURBINAGE

Eaux-mères des cristaux blancs. — Quand on vide un cristallisoir, on aspire au moyen d'une pompe ou d'un monte-jus l'eau-mere qui marque 36-38° B. de densité et on l'envoie dans la cuve à dissolution du granulé de première, où cette eau-mère, diluée avec de l'eau chaude, est ramenée à 27-28° B. On procède exactement comme pour une dissolution de granulé. On met le noir, le prussiate, mais point d'acide sulfurique, parce que ce liquide en contient déja en excès. Cette solution est envoyée dans un réservoir supérieur, puis filtrée et aspirée par l'appareil des blancs qui la concentre à 40-41° B.

La charge concentrée est coulée dans la cuve à chlorate. La deuxième charge à mettre dans la cuve à chlorate doit provenir autant que possible d'une dissolution de granulé dans laquelle on n'aura pas mis d'acide sulfurique.

Trois fois on se sert des mêmes eaux-mères pour la production de gros cristaux. On en fait ensuite des opérations spéciales en aspirant ces eaux-mères directement dans l'appareil des blancs et en coulant après concentration dans des cristallisoirs qu'on ne remplit qu'à moitié. Les cristaux ainsi obtenus sont menus et colorés; on les lave, sèche à l'étuve et passe au moulin pour les réduire en poudre. On fait trois et même quatre fois consécutives ces opérations spéciales; ensuite ces eaux-mères, qui sont chargées d'impuretés et qui cristalliseraient péniblement, sont aspirées directement par l'appareil à granuler et concentrées jusqu'à granulation. Le granulé retiré est mélangé au granulé des premières et redissous avec lui.

Eaux-mères et eaux de turbinage du granulé de première. — Cette eau-mère se sépare par différence de densité et vient surnager dans les caisses de granulé de première. Elle renferme 600 grammes

environ d'acide tartrique par litre et contient comme principales impuretés de l'acide sulfurique libre et du sulfate de calcium. Cette eau-mère est portée dans une cuve à dissolution des produits secondaires; on y joint l'égout et le lavage des turbines de ce même granulé de première. Ces

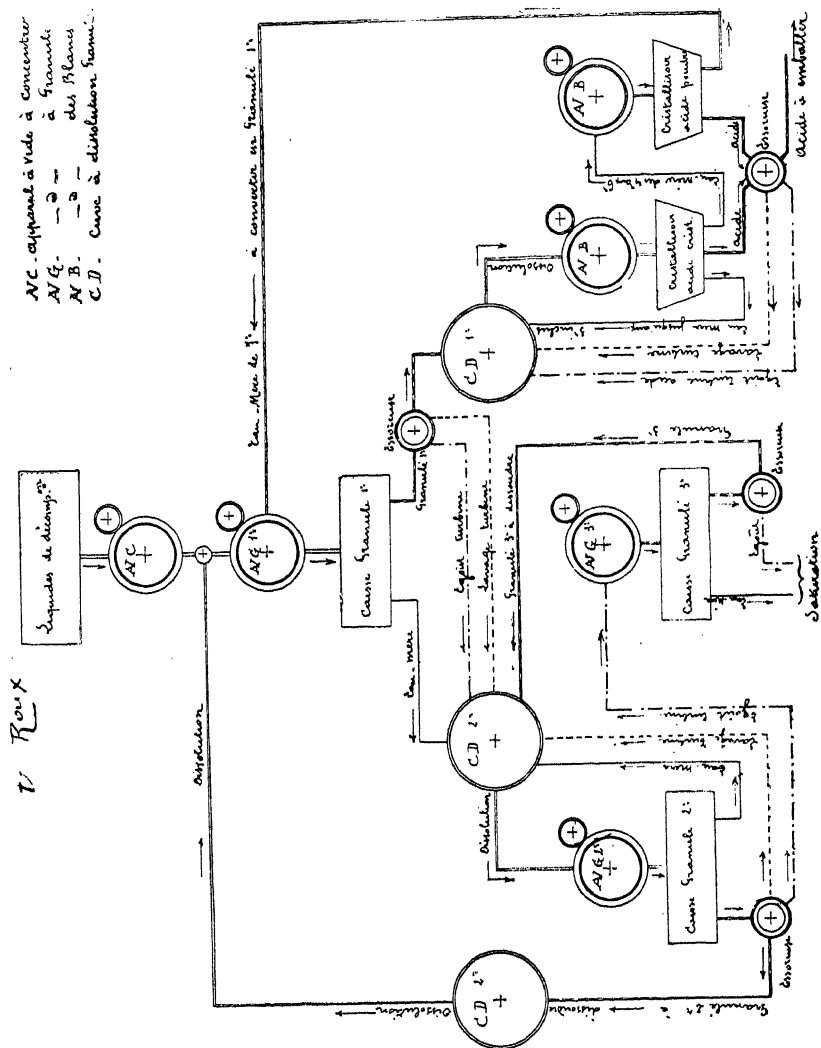



Fig. 64. — Schéma de la fabrication de l'acide tartrique.

liquides décolorés, purifiés et concentrés donnent un granulé *de seconde*, lequel, s'il est bien propre, est joint à celui de première. S'il est trop impur, il est encore redissous et donne un granulé de première.

La dissolution se fait en diluant ces liquides avec de l'eau chaude jusqu'à 28-30° B. On ajoute du noir et du prussiate de potasse, on agite,

puis on envoie le liquide dans un réservoir supérieur et on filtre. On concentre ensuite dans un appareil à granuler.

Eaux-mères et eaux de turbinage du granulé de deuxième. — L'eau-mère du granulé de deuxième renferme 500 grammes d'acide tartrique par litre ; elle est mélangée au lavage des turbines de ce même granulé (mais non l'égout), et traitée dans la cuve à dissolution des produits secondaires comme ci-dessus. Elle redonne un granulé qui est assimilé au granulé de seconde.

Quant à l'égout de la turbine, qui, au moyen d'un caniveau spécial, a été séparé du liquide de lavage et conduit dans une citerne, il est aspiré directement, sans aucun traitement préalable, dans l'appareil à évaporer qui le concentre et donne le granulé de troisième.

Ce granulé de troisième est simplement égoutté à la turbine, sans lavage; on le redissout tel quel pour donner un autre granulé qui est assimilé au granulé de seconde.

Eaux-mères et égout du granulé de troisième. — Ces liquides, qui renferment environ 400 grammes d'acide tartrique par litre, sont trop chargés d'impuretés, alumine, phosphate, fer, etc., pour qu'il soit possible d'obtenir leur granulation. On les envoie dans les cuves à cuites et on les sature pour transformer l'acide tartrique qu'ils contiennent en tartrate de chaux qui rentre de nouveau en fabrication. On prendra pour cette saturation les précautions suivantes :

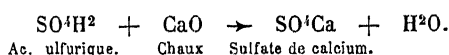
Saturation des vieilles eaux-mères. — Les vieilles eaux-mères ne peuvent pas être saturées directement par le carbonate de chaux, car on retiendrait ainsi toutes les impuretés qu'elles contiennent, lesquelles, en se mélangeant au tartrate de chaux produit, rentreraient en fabrication.

On doit d'abord éliminer l'acide sulfurique et précipiter ensuite le tartrate de chaux. Voici comment se fait cette opération :

On envoie les eaux-mères dans une cuve à cuite munie d'un malaxeur et d'un barboteur de vapeur et on ajoute trois fois leur volume d'eau. On chauffe à 80° et on verse peu à peu un lait de chaux qui sature l'acide sulfurique seulement, qui est l'acide le plus fort, et qui laissera l'acide tartrique inattaqué tant qu'il se trouvera un excès d'acide sulfurique.

On prélève de temps à autre un échantillon du liquide que l'on essaie, comme celui de la décomposition, et on arrêtera l'introduction de la chaux lorsque l'essai au tube ne donnera plus qu'un léger précipité, ce qui indiquera qu'il n'existe plus dans le liquide qu'une faible quantité d'acide sulfurique libre :

$$SO^4H^2 + CaO \rightarrow SO^4Ca + H^2O.$$

Ac. ulfurique. Chaux Sulfate de calcium.

On pousse alors la température jusqu'à l'ébullition, puis on arrête l'agitation et le chauffage et on laisse reposer.

Aprés décantation, le liquide clair est coulé dans un saturateur ; on ajoute deux à trois fois son volume d'eau et on sature avec du carbonate de chaux en opérant comme s'il s'agissait d'une saturation ordinaire des liquides des cuites.

Le sulfate de chaux qui est resté au fond de la cuve à cuite est lavé une fois à l'eau vierge dans la cuve même, puis on le porte sur une caisse à sulfate où il est lavé à l'eau chaude jusqu'à épuisement. Il est ensuite rejeté avec le sulfate provenant de la décomposition.

CHAPITRE VI

TRAITEMENT DES GRANULÉS

Granulé de première. — Le granulé de première provient de l'évaporation des liquides de décomposition du tartrate de chaux. On le mélange avec celui de deuxième quand ce dernier s'est laissé laver convenablement à la turbine, qu'il est propre et ne contient pas trop d'impuretés. On considère aussi comme granulé de première celui provenant de la granulation des eaux-mères blanches quand elles ont servi six à sept fois.

Le granulé de première redissous et décoloré fournit la liqueur blanche de cristallisation de l'acide commercial.

Granulé de deuxième. — Il provient de l'eau-mère mélangée à l'égout et au lavage du granulé de première. Ce liquide, dilué avec de l'eau chaude jusqu'à 28-30° B., traité ensuite par le noir et le prussiate, puis filtré et concentré, donne ce granulé *de deuxième*. Quand il est trop coloré et trop impur, on le redissout et, par une nouvelle concentration, on le transforme en granulé de *première*.

Granulé de troisième. — Le granulé de troisième provient de l'égout du turbinage du granulé de deuxième. Il est seulement égoutté à la turbine, puis redissous avec noir et prussiate, filtré et concentré. Le nouveau granulé obtenu est considéré comme granulé de deuxième et redissous avec celui-ci pour être converti en granulé de *première*.

Les divers traitements des eaux-mères et des granulés sont représentés par le graphique de la figure 69, qui complète et rend plus claire la description que nous venons de donner.

La marche que nous indiquons n'a rien d'absolu et peut varier suivant les circonstances, l'état de la fabrication ou les matières premières employées. Des fabriques très importantes du midi de la France opèrent comme nous venons de l'indiquer et obtiennent ainsi de bons résultats.

CHAPITRE VII

COMPTES DE FABRICATION

Inventaires. — L'inventaire de l'acide tartrique en cours de fabrication est une opération assez compliquée qu'il est nécessaire de faire périodiquement avec le plus grand soin.

On mesurera exactement tous les volumes des liquides, on pèsera les matières solides, et en même temps on déterminera par des analyses rigoureuses leur contenu en acide tartrique. Pour simplifier les analyses des liqueurs en cristallisation, on aura la précaution, huit ou dix jours avant la date fixée pour l'inventaire, de prélever au moment du coulage un échantillon du liquide qu'on analysera, et on inscrira le résultat sur la caisse en même temps que le volume du liquide.

Un inventaire plutôt approximatif doit être fait tous les mois. Mais la valeur exacte des pertes ne peut se déduire que d'une période de fabrication d'au moins six mois ou un an. Et encore cette valeur ne sera-t-elle rigoureusement exacte qu'à la condition que les stocks au commencement et à la fin de la période considérée soient sensiblement égaux.

Le stock d'acide en roulement est d'environ deux fois la quantité d'acide emballé produit mensuellement.

Le coefficient des pertes est très variable suivant les matières premières employées. Les valeurs comparatives d'une fabrique à une autre n'ont rien d'absolu. Telle fabrique qui aura une perte de 7 0/0 ne travaillant que des matières riches se trouve dans de moins bonnes conditions économiques qu'une autre qui accusera 15 0/0 en ne travaillant que des matières pauvres.

Moyennement, les pertes de fabrication de l'acide tartrique peuvent être admises à :

7 0/0 en travaillant exclusivement des tartres et cristaux;

12 0/0 en travaillant exclusivement des lies de bonne qualité;

15 0/0 en travaillant moitié lies et moitié résidus de la crème de tartre;

20 0/0 en travaillant exclusivement les résidus de la crème.

QUATRIÈME PARTIE

PROCÉDÉ ACIDE PAR DÉCANTATION

CHAPITRE I

PRATIQUE DES OPÉRATIONS ET RENDEMENT DES APPAREILS

Cuves à cuites. — Les cuves à cuites sont en bois de pitchpin doublées de plomb de 8 millimètres :

Diamètre supérieur	2m,000
— inférieur	2 100
Hauteur	1 400
Volume total	45 hectolitres

Agitateur bois de pitchpin, 12 tours. Prise d'eau et prise de vapeur avec barboteur, diamètre 40 millimètres.

Ces cuves sont placées dans une cuvette plombée reposant sur le plancher qui sert à recueillir les liquides en cas de fuites ou de débordement de la cuve. (Diamètre, 2m,700 ; hauteur, 0m,150.)

a) Cuites des lies. — Elles se font à l'eau vierge ou avec des petits jus.

On met l'acide avant la matière pour que la réaction s'effectue à mesure que se fait la charge.

L'acide employé est l'acide chlorhydrique à 20-21° B. ou, à défaut, l'acide sulfurique à 58°. Mais l'acide chlorhydrique est préférable, parce qu'avec celui-ci les liquides du traitement déposent beaucoup mieux. La quantité d'acide chlorhydrique à employer est de 150 kilogrammes pour 100 kilogrammes d'acide tartrique total contenu dans la lie ou bien 90 kilogrammes pour 100 kilogrammes de tartrate de chaux correspondant à l'acidité totale.

Les cuites se font à l'ébullition. On met dans la cuve une hauteur de 0m,60-0m,65, soit environ 2.000 litres de petit jus, puis l'acide, et ensuite 1.000 kilogrammes de lies par petites portions. Après que toute

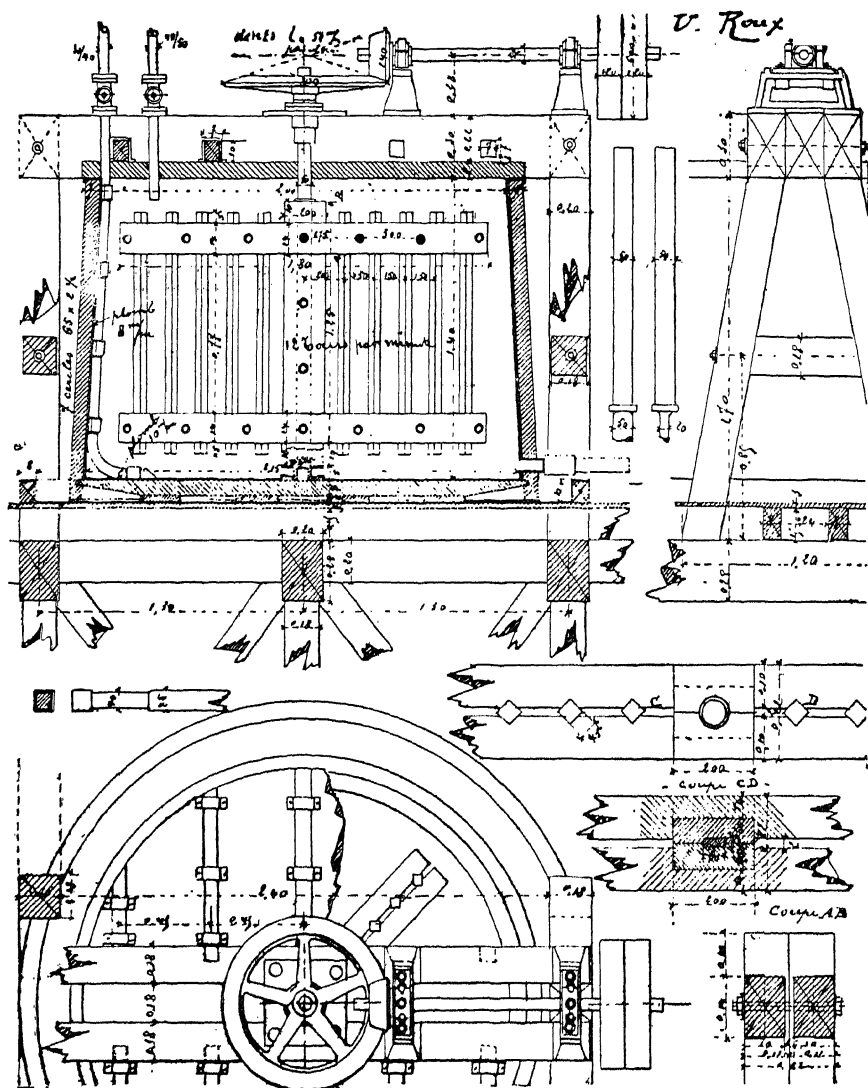
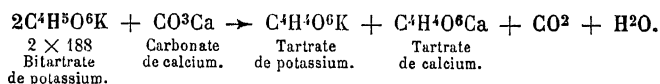



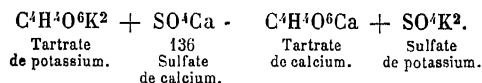
Fig. 65. — Cuves à cuites des lies et sablons.

la lie est introduite, on laisse bouillir une demi-heure. Une opération de lie dure environ de une heure à une heure et demie et fournit une masse de 3.000 litres que l'on coule dans les cuves de décantation.

b) Cuite des tartres sablonneux ou des sablons blancs. — On fait ce traitement par le procédé neutre de Desfosses. On met dans la cuve à cuite 0m,60-0m,65 de hauteur ou 2.000 litres environ de petits jus. On chauffe à ébullition et on verse lentement de 600 à 700 kilogrammes de tartre moulu ou sablons secs, ou 1.000 à 1.200 kilogrammes de sablons blancs humides venant de la fabrication de la crème. On sature ensuite l'acidité libre par le carbonate de chaux jusqu'à réaction neutre au papier de tournesol.

Il s'effectue la réaction :

$$\underset{\substack{2 \times 188 \\ \text{Bitartrate} \\ \text{de potassium.}}}{2C^4H^5O^6K} + \underset{\substack{\text{Carbonate} \\ \text{de calcium.}}}{CO^3Ca} \rightarrow \underset{\substack{\text{Tartrate} \\ \text{de potassium.}}}{C^4H^4O^6K} + \underset{\substack{\text{Tartrate} \\ \text{de calcium.}}}{C^4H^4O^6Ca} + CO^2 + H^2O.$$

On ajoute alors le sulfate de calcium pour transformer le tartrate neutre de potasse en tartrate de calcium :

$$\underset{\substack{\text{Tartrate} \\ \text{de potassium.}}}{C^4H^4O^6K^2} + \underset{\substack{136 \\ \text{Sulfate} \\ \text{de calcium.}}}{SO^4Ca} \cdot \underset{\substack{\text{Tartrate} \\ \text{de calcium.}}}{C^4H^4O^6Ca} + \underset{\substack{\text{Sulfate} \\ \text{de potassium.}}}{SO^4K^2}.$$

La quantité de sulfate de calcium à employer pour 100 kilogrammes de bitartrate serait :

$$\frac{136 \times 100}{2 \times 188} = 36 \text{ kilogrammes}$$

Mais, comme le sulfate des caisses contient environ de 65 à 70 0/0 d'eau, on en met une quantité égale au bitartrate qui sera indiqué par un essai à la burette de la matière.

Donc, si l'analyse des 1.200 kilogrammes de sablons humides avait donné par exemple 8 0/0 à la burette, on mettrait pour la charge entière un poids de sulfate humide des caisses égal à :

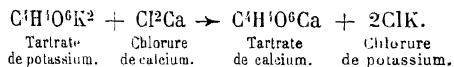
$$\frac{1200 \times 8}{100} = 96 \text{ kilogrammes.}$$

Ce chiffre peut paraître un peu faible; mais, comme l'analyse donnée par la burette indique toujours une teneur en bitartrate plus élevée qu'en réalité, parce que les acides étrangers saturent une certaine quantité de liqueur, on devra s'en tenir à cette proportion.

Après avoir mis le sulfate, on continue l'agitation et le chauffage pendant une ou deux heures et on laisse reposer. Le liquide clair est siphonné dans des dalles de décantation, puis jeté à la rivière. Le tartrate est porté sur les caisses filtrantes pour y être lavé.

Au lieu du procédé Desfosses, on pourrait employer celui de Scheele-Lewtte.

Après la saturation au carbonate, on mettrait un poids de chlorure de calcium, à 75-80° égal au tiers de celui du bitartrate :

$$\underset{\text{Tartrate de potassium.}}{C^4H^4O^6K^2} + \underset{\text{Chlorure de calcium.}}{Cl^2Ca} \rightarrow \underset{\text{Tartrate de calcium.}}{C^4H^4O^6Ca} + \underset{\text{Chlorure de potassium.}}{2ClK.}$$

La quantité théorique de chlorure à employer serait :

$$\frac{111}{2 \times 188} = 0,3 \text{ } Cl^2Ca \text{ pur ;}$$

malgré que le chlorure ne possède que 75-80 0/0 de pureté, 1/3 ou 0,33 du bitartrate trouvé à la burette sera suffisant pour la même raison expliquée pour le sulfate de chaux.

Moyennement, les sablons blancs contiennent 20 à 30 0/0 d'eau, titrent 6 0/0 à la burette et 30 0/0 d'acidité totale en acide tartrique ou 50 0/0 environ en tartrate de chaux.

c) *Cuites des boues.* — Ces boues contiennent du bitartrate de potasse, du tartrate de chaux, de l'acide sulfurique, etc... Elles titrent 20 0/00 à la burette et font au Goldenberg 7 0/00 en acide tartrique total correspondant à environ 12 0/00 en tartrate de chaux.

On verse les boues dans la cuve jusqu'à moitié de son volume, on met la vapeur, puis l'acide chlorhydrique (environ 35 kilogrammes pour une opération), et on ajoute une nouvelle quantité de boues jusqu'à $0^m,40$ ou $0^m,50$ du sommet de la cuve.

L'opération se fait à 60° C. et à la fin on atteint simplement l'ébullition. Une cuite de boues donne une charge de 3.000 litres que l'on verse dans les cuves de décantation en ayant soin de la mélanger avec une cuite de sablons rouges pour favoriser le dépôt des impuretés légères de ces boues.

Les exigences du travail ne permettent guère d'attendre l'analyse des boues avant d'en faire la cuite et de connaître par conséquent la quantité exacte d'acide chlorhydrique à employer. Mais, comme en marche normale ces liquides ne subissent guère de variation dans leur composition, on a reconnu qu'il suffisait de multiplier par 2 le résultat 0/00 de la burette et de prendre ce chiffre empirique comme poids d'acide à mettre dans la cuve à cuites pour une charge de 3.000 litres de boues.

Ainsi, pour traiter des boues qui donneraient 18 0/00 à la burette, on mettrait dans la cuve $18 \times 2 = 36$ kilogrammes de HCl à 21° B.

d) *Cuites des sablons rouges.* — Ils contiennent 50 0/0 d'eau, titrent 6 à la burette et font au Goldenberg 5 à 6 0/0 en acide tartrique ou 8 à 10 0/0 en tartrate de chaux.

On met d'abord 2.000 litres d'eau ou petits jus, puis l'acide chlorhydrique et la vapeur. On verse ensuite 1.500 kilogrammes de sablons

rouges par petites portions à la fois. Lorsque toute la charge est versée, on laisse bouillir une demi-heure et on coule dans les cuves à décantation en mélangeant autant que possible une cuite de sablons avec une cuite de boues. Une opération dure une heure à une heure et demie. La

quantité d'acide chlorhydrique à employer est calculée d'après l'analyse au Goldenberg.

Cuves de décantation. — On peut les faire jusqu'à 250 hectolitres de capacité. Dans ce cas, on y verse cinq cuites consécutives de lie ou quatre cuites de boues et trois cuites de sablons rouges.

Mais les cuves de trop grandes dimensions ne se prêtent pas très bien aux brassages de la masse, qui se font au moyen de ringards maniés par des hommes.

Une capacité très convenable est celle de 150-160 hectolitres. On y met trois cuites de lie de 1.000 kilogrammes chacune ou deux cuites de boues et deux de sablons. Ces cuves sont en bois de pitchpin nu et ont pour dimensions :

Diamètre supérieur	2m,900
— inférieur	3m,200
Hauteur	2m,200
Volume	160 hectolitres

a) Travail des lies. — Pour la décantation des lies, on met trois cuites consécutives dans une cuve semblable; ces trois cuites représentent 3.000 kilogrammes de lie, et le volume total des charges, y compris la condensation du barboteur, égale 9.000 litres.

En faisant le plein jusqu'à 0m,15 du bord supérieur de la cuve, on ajoute 6.000 litres de petits jus.

On siphonne quand la partie claire atteint 0m,90. Chaque siphonnage représente un volume de 6.000 litres. On fait trois lavages. Le dépôt à filtrer a une hauteur de 0m,80, son volume est de 6.000 litres.

Le mouvement du liquide est le suivant :

Volumes des cuites : 3 × 3.000	9.000	15.000 litres
Petits jus pour remplissage	6.000	

Liquides retirés pour la saturation :

Premier siphonnage à 7° B	6.000	24.000 litres
Trois lavages forts jusqu'à 2° B	18.000	

L'ensemble de ce liquide pèse environ 5° B. et contient à peu près 25 grammes d'acide tartrique par litre.

Les liquides provenant du dernier lavage ainsi que ceux qui s'écoulent des filtres-presses sont envoyés à la citerne des petits jus.

Une cuve semblable fournit la charge du liquide nécessaire pour une saturation et donne de 1.100 à 1.200 kilogrammes de tartrate humide à 30-40 0/0 d'eau en traitant des lies à 20-24° d'acide tartrique.

Une cuve demande un maximum de quinze jours pour son épuisement. Pratiquement on peut compter qu'une épuisée cuve correspond à 500 kilo-

grammes d'acide emballé. Pour une production de 1.000 kilogrammes d'acide par jour en travaillant des lies, on devra installer trente cuves de 160 hectolitres.

b) Travail des résidus de la crème. — On met dans une cuve deux cuites de boues et une cuite de sablons rouges humides.

Cent kilogrammes de crème fabriquée donnent 500 litres de boues et 120 kilogrammes de sablons rouges humides.

Une cuite de 2.800 litres de boue correspond à peu près à la quantité fournie par une production de 500 kilogrammes de crème. Deux cuites de boue correspondront à 1.000 kilogrammes de crème fabriquées.

Une cuite de 1.500 kilogrammes de sablons rouges humides correspondra à peu près à la quantité fournie par une production de 1.000 kilogrammes de crème.

Puisque nous devons mettre dans une cuve, pour faciliter sa décantation, deux cuites de boues et une de sablons, chaque cuve de 160 hectolitres suffira pour traiter la totalité des boues et sablons d'une production de 1.000 kilogrammes de crème de tartre, ce qui correspond à peu près à une production de 100-120 kilogrammes d'acide cristallisé.

Le mouvement du liquide est le suivant :

Volume des cuites	9.000	15.000 litres
Petits jus pour le remplissage	6.000	
Liquides retirés pour la saturation :		
Premier siphonnage marquant 3° 1/2 B.	6.000	12.000 litres
Un lavage fort à 2° B.	6.000	

L'ensemble du liquide fait environ 3°B. et contient 10 grammes d'acide tartrique par litre.

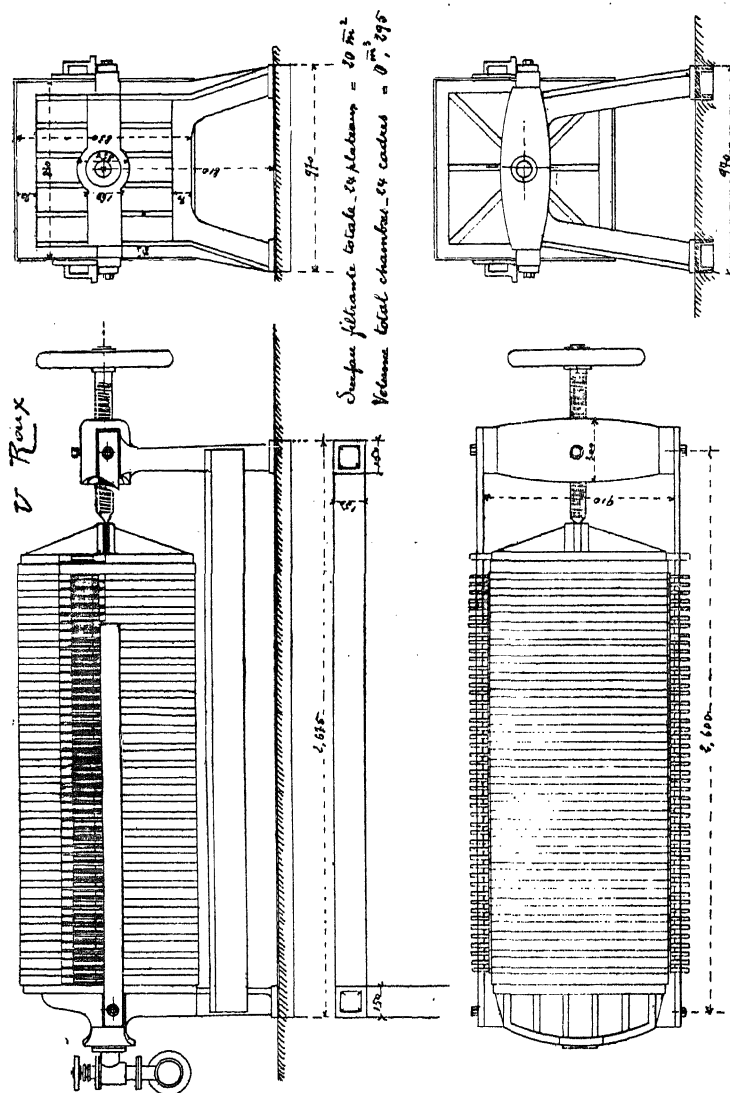
Une cuve demande un maximum de cinq jours pour être libérée. Pour traiter les résidus de 1.000 kilogrammes de crème correspondant à 100 kilogrammes d'acide tartrique cristallisé, on devra installer cinq cuves de 160 hectolitres.

Filtres-presses et monte-jus. — Les filtres-presses ont des plateaux en bois de 0m,800 × 0m,800 et 0m,050 d'épaisseur. Ils sont à cadres de 0m,030 d'épaisseur sans dispositif spécial pour le lavage.

Les serviettes filtrantes sont de toile écrue ou de jute.

Elles sont fixées sur le centre des plateaux au moyen d'un écrou en bronze creux donnant passage à la bouillie qui vient remplir les cadres. Le liquide s'écoule par des robinets en bois dans une nochère plombée qui le conduit à la citerne des petits jus.

Les filtres sont placés à une hauteur de 1m,50 environ au-dessus du sol de façon qu'un wagonnet puisse passer au-dessous et recevoir directement le tourteau épuisé.

Les filtres de $0^m,800 \times 0^m,800$, avec vingt cadres de $0^m,030$ d'épaisseur, ont un volume total de chambres de 300 litres. Le travail de filtration se faisant seulement de jour, chaque filtre sera chargé et déchargé

matin et soir et fera par conséquent deux opérations par vingt-quatre heures.

Pratiquement on doit compter 1 litre de chambre par kilogramme de lie sèche traitée par vingt-quatre heures.

Pour 1.000 kilogrammes d'acide cristallisé, on devra traiter au maximum 6.000 kilogrammes de lie sèche à 20-24° d'acide tartrique.

Le volume total des chambres doit être de 6.000 litres et, comme le vo-

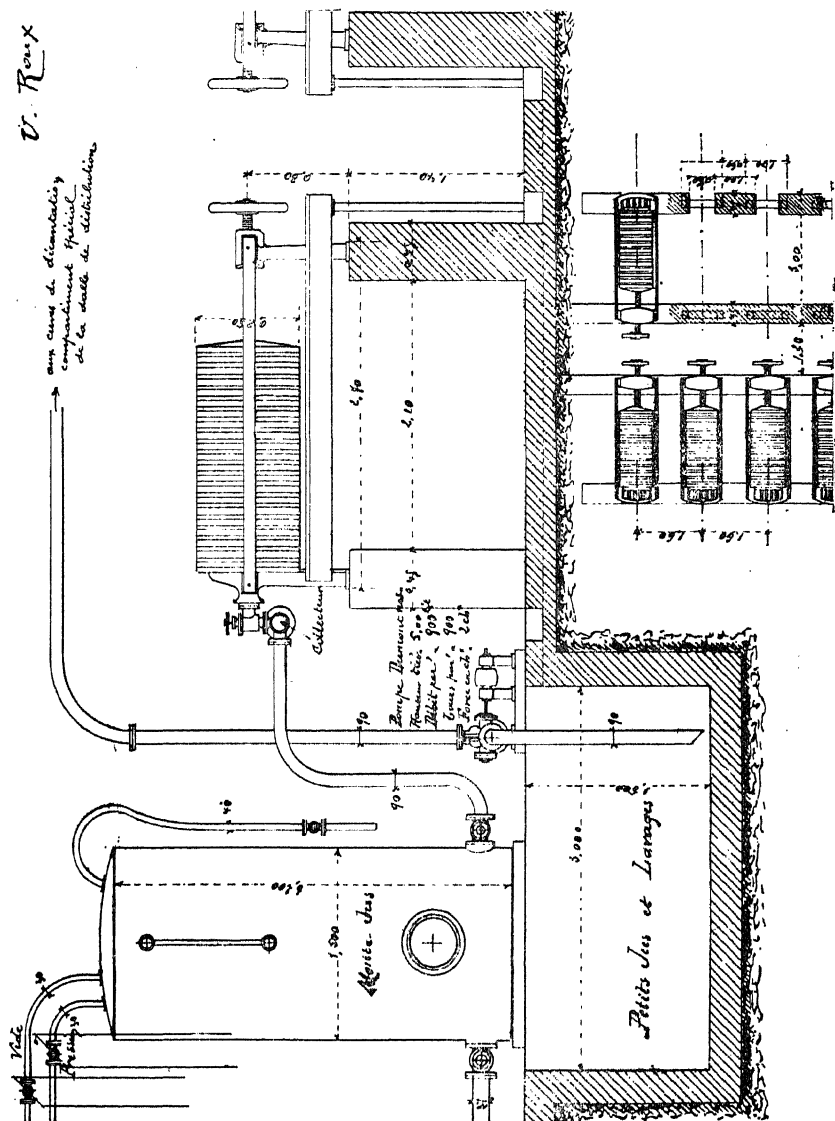



Fig. 68. — Épuisement des tourteaux.

lume de chaque filtre est de 300 litres, on doit installer : $\frac{6000}{300} = 20$ filtres-presses pour la production de 1.000 kilogrammes d'acide cristallisé.

Le mouvement de la bouillie est fait par un monte-jus à air comprimé

qui aspire le dépôt des cuves et le refoule à travers les filtres-presses. On tombe le tourteau quand le liquide cesse de passer.

Pour une production de 1.000 kilogrammes d'acide cristallisé, on doit disposer par heure d'une aspiration de 150 mètres cubes d'air que l'on comprimera à 2 atmosphères. On installera deux monte-jus en tôle de $1^m,500$ de diamètre et 3 mètres de hauteur ; tuyau d'aspiration de la bouillie des cuves, diamètre = 120 millimètres ; refoulement au collecteur des filtres, diamètre = 90 millimètres.

Une cuve à décantation contenant trois opérations de chacune 1.000 kilogrammes de lies donnera vingt filtrations.

Une cuve contenant deux opérations de boues et une de sablons rouges donnera huit filtrations.

Si, au lieu de la décantation, on faisait la filtration directe des lies torréfiées à sec, on devrait prendre des filtres de plus grandes dimensions munis d'un dispositif pour le lavage du tourteau.

Un modèle très convenable serait celui à plateaux de $1^m,00 \times 1^m,00$, avec trente cadres ayant un volume total de chambre de 500 litres.

Un tel filtre en travaillant seulement le jour ferait une filtration et demie de lie torréfiée avec lavage jusqu'à épuisement complet. Une opération correspondrait à 300 kilogrammes de lie sèche. Pour traiter les 6.000 kilogrammes de lie nécessaire à la fabrication de 1.000 kilogrammes d'acide cristallisé, on devrait donc installer $\frac{6\,000}{1,5 \times 300} = 15$ filtres-presses de $1^m,00 \times 1^m,00$, et on supprimerait toute la cuverie de décantation.

Saturateurs. — (*Fig.* 35, p. 98), ils sont en bois de pitchpin nu et ont pour dimensions :

Diamètre supérieur	$3^m,400$
— inférieur	$3^m,900$
Hauteur	$2^m,500$
Volume	260 hectolitres

Agitateur bois de pitchpin : tours, 12 par minute. Tuyau d'amenée du liquide par pompe centrifuge, diamètre 80 millimètres. Tuyau d'aspiration du gras, 90 millimètres.

On fait des saturations de 20.000 litres. Il doit rester à la partie supérieure de la cuve une liberté de $0^m,50$ au moins pour que la mousse puisse se dégager sans déborder.

L'ensemble du liquide venant des cuites de lie pèse 5 à 7° B. ; celui des boues et sablons, 3° C.

Voici les quantités approximatives de carbonate de chaux que l'on emploie dans une saturation et le temps nécessaire pour introduire ce carbonate :

Liquides à 3° B.	carbonate, 200kg ;	durée de la saturation, 2 heures
— 4° —	250	2 1/2
— 5° —	350	3
— 6° —	400	3 1/4
	450	3 1/2

Une saturation faite avec 350 kilogrammes de carbonate de chaux donne de 1.100 à 1.200 kilogrammes de tartrate humide qui occupe une caisse à filtre.

Souvent on fait deux saturations consécutives dans la même cuve sans sortir le tartrate.

La première saturation est faite à fond ; après avoir mis le carbonate, on laisse reposer environ une heure et demie pour les liquides à 3° B. et deux heures et demie pour ceux de 5° à 7°. On siphonne ensuite le liquide clair.

On recharge sitôt après avec du nouveau liquide, mais cette fois on n'atteint pas la saturation complète pour que les impuretés restent en dissolution dans les eaux résiduelles.

Après la deuxième saturation, on laisse reposer environ quatre heures et on siphonne.

Le liquide trouble qui n'a pu être siphonné parce qu'il contenait du tartrate en suspension est pris par la pompe et envoyé dans la cuve à gras. On y envoie aussi le gras qui se trouve au-dessus du tartrate. Cette cuve a une contenance d'environ 50 hectolitres, elle porte un double fond de bois avec toile filtrante de tissu grossier. Le liquide filtré tombe dans des dalles de décantation et s'écoule dans la cuve des nettoyages. Les dépôts retenus par la toile filtrante de la cuve à gras et par les dalles de décantation sont portés aux caisses à tartrate pour y être lavés. Ceux de la cuve des nettoyages retournent aux cuves à cuites.

Pour empêcher les fermentations qui ne tarderaient pas à se produire dans les cuves à gras et à nettoyage, on y verse de temps en temps une bonbonne d'acide chlorhydrique.

Nous avons vu (p. 276) qu'une cuve à décantation donnait 24.000 litres de liquide à saturer et que, pour une production de 1.000 kilogrammes d'acide cristallisé par jour, il était nécessaire d'obtenir en jus et en lavages forts l'équivalent de deux cuves, soit 50.000 litres en y comprenant les nettoyages. Ceci correspond à peu près à trois saturations et, comme chaque saturation demande environ un jour entre l'opération et le repos avant le siphonnage, on devra prévoir pour 1.000 kilogrammes d'acide cristallisé trois saturateurs qui travailleront seulement de jour.

Les saturateurs doivent être tenus dans un parfait état de propreté;

en négligeant cette précaution, on s'exposerait à des fermentations qui altéreraient le tartrate de chaux.

Suivant la disposition des locaux, il serait préférable de construire les saturateurs en ciment armé revêtu de plaques de verre intérieurement. Cette disposition éviterait les épanchements de liquide et les moisissures qui se développent facilement sur les cuves de bois et rendent difficile le nettoyage parfait qui est nécessaire.

Caisses à tartrate. — Elles sont rectangulaires, en bois de $0^m,030$ doublées de plomb et ont pour dimensions $3^m,300 \times 1^m,300$ et $0^m,400$ de hauteur.

Une grille filtrante en bois repose librement sur des chevrons posés sur le fond de la caisse. Ces chevrons portent à leur partie inférieure des échancrures qui permettent le libre écoulement du liquide filtré.

La grille est faite de lames de parquet de $0^m,110 \times 0^m,035$, rainées sur toute leur longueur et percées de trous de 7 à 8 millimètres. L'écartement des files de trous est de $0^m,30$ à $0^m,40$, la première file se trouvant à $0^m,10$ de l'extrémité de la grille. La toile filtrante est faite d'un tissu de jute serré; elle est maintenue par des liteaux cloués autour de la grille formant ainsi un cadre rigide sur les côtés de la caisse. Le robinet d'amenée d'eau froide a un orifice de 20 millimètres. La nochère plombée pour la conduite du liquide filtré a $0^m,200 \times 0^m,150$.

Le lavage du tartrate est suffisant lorsque 10 grammes d'échantillon humide délayé dans l'eau distillée ne prennent pas plus de 4 à 5 centimètres cubes de liqueur 1/10 normale à 17 grammes de nitrate d'argent par litre d'eau distillée pour donner le virage rouge brique en présence du chlorate de potasse, ce qui correspond à environ 0,10 0/0 de chlorure de calcium.

Quand on a jeté sur la caisse tout le tartrate venant du saturateur, on le laisse égoutter et on l'étale en couche bien régulière; puis on le coupe et recoupe avec une spatule en bois et on lisse la surface pour éviter des crevasses par lesquelles pourraient s'échapper l'eau de lavage.

On remplit l'espace vide de la caisse avec de l'eau froide et on laisse écouler et égoutter. On répète ces lavages six à sept fois environ, mais avant le dernier lavage on a soin de travailler de nouveau la couche de tartrate avec la spatule.

Il arrive souvent que, lorsqu'on commence le lavage d'une caisse, le gras qui a pu rester mélangé vient surnager sur la couche de tartrate et empêcher le passage de l'eau de lavage. On enlève ce gras au moyen d'une spatule et on le porte dans la cuve dite *des gras*.

Une caisse à tartrate de dimensions ci-dessus contient le produit d'une saturation de 20.000 litres de liquides à 5 ou 6° B., c'est-à-dire 1.100 à

1.200 kilogrammes de tartrate à 30-40 0/0 d'eau correspondant à 350 kilogrammes environ d'acide cristallisé. Le lavage se fait avec 2.000 litres d'eau. La durée d'une toile est de vingt opérations.

Les caisses à tartrate doivent être nettoyées tous les trois ou quatre jours en été, tous les cinq ou six jours en hiver. On décloue la toile et on brosse avec de l'eau acidulée le plancher filtrant, le fond de la caisse ainsi que la toile, puis on remonte le tout.

U. Roux.

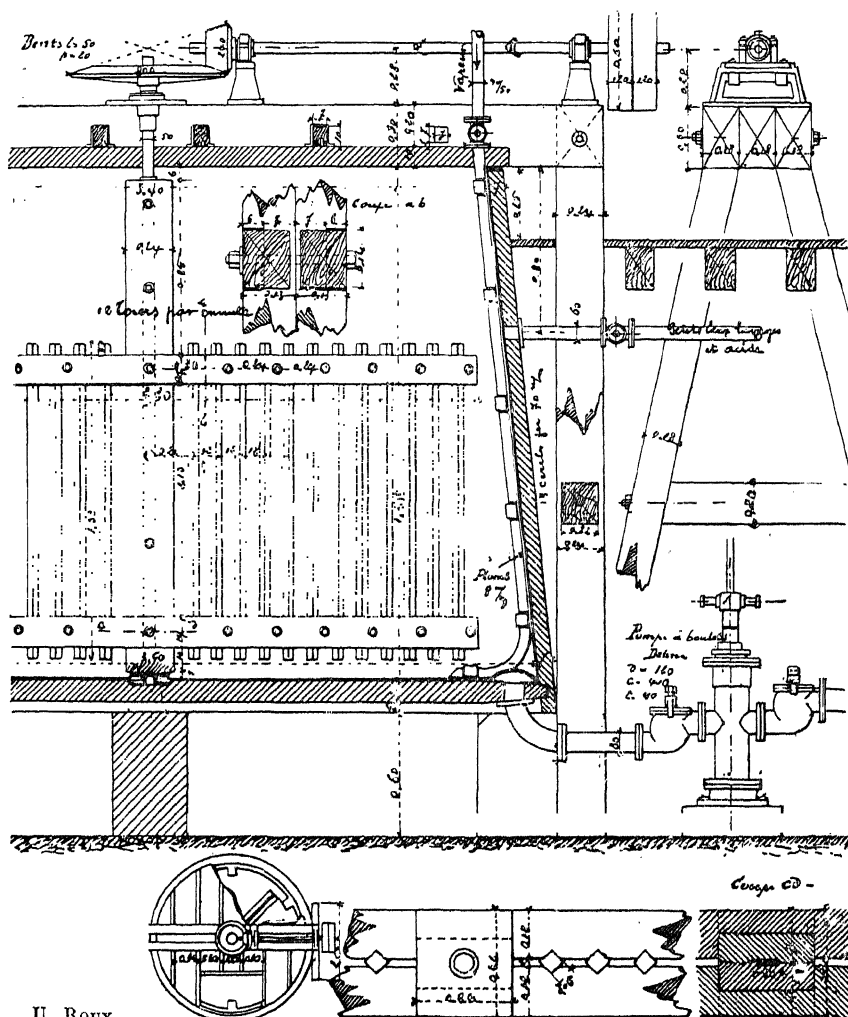



Fig. 69. — Cuve à décomposition.

Cuves à décomposition. — Cette cuve, en bois de pitchpin, est doublée de plomb de 8 millimètres. Elle a les mêmes dimensions et le même

agitateur que les saturateurs. Elle a en plus un barboteur à vapeur de 40 millimètres et un tuyau également de 40 millimètres qui amène l'eau ou les petits jus de dilution et l'acide sulfurique.

On verse 0^{m},60 de hauteur de petits jus de lavage du sulfate (7.000 litres), puis l'acide sulfurique à 58°, approximativement un poids égal à celui du carbonate employé pour la saturation du tartrate à décomposer. On met l'agitateur en marche, on chauffe modérément et on introduit tout le tartrate provenant de quatre à cinq caisses, soit environ 5.000 à 6.000 kilogrammes de tartrate humide.

On porte la température à 65-70° C. La quantité d'acide à 58° à employer varie de 2.000 à 2.500 kilogrammes ou 1.200 à 1.500 litres pour une opération.

On y ajoute 6 kilogrammes de prussiate de potasse et 35 kilogrammes de noir en pâte ou les résidus venant des filtres-presses des cuves à dissolution du granulé.

Une pompe à boulets envoie le produit de la décomposition dans un récipient plombé qui le distribue dans les caisses à sulfate.

Une telle décomposition correspond à 1.500-2.000 kilogrammes environ d'acide cristallisé. Elle prend huit à dix caisses à sulfate.

On règle pratiquement la quantité convenable d'acide sulfurique à employer, laquelle doit correspondre à un excès de 3 à 3,5 0/0, au moyen de l'essai au tube, comme il est dit à la page 252. Pour le réglage exact au laboratoire, voir cinquième partie, page 329.

Caisses à sulfate. — Elles sont exactement semblables comme dimensions et disposition à celles employées pour le lavage du tartrate. La nochère d'écoulement des liquides filtrés est divisée par une cloison qui forme deux canaux dont l'un sert pour écouler les liquides de premier jet et les lavages forts, et l'autre pour les liquides faibles au-dessous de 4° B. Ces canaux ont pour dimensions 0^{m},100 $\times$ 0^{m},100 et sont doublés de plomb.

L'ajutage de sortie du liquide des caisses porte un manchon en caoutchouc qui permet de placer le tuyau d'écoulement du liquide filtré dans l'un ou l'autre des canaux de la nochère. Ces liquides sont conduits dans une grande caisse où ils sont tenus séparément.

Les caisses à sulfate sont remplies du produit de la décomposition. Le liquide passe à travers la toile filtrante et abandonne sur celle-ci tout le sulfate de chaux qu'il contenait. On laisse bien égoutter, puis on remplit le vide de la caisse avec de l'eau chaude qui traverse et lave le tourteau. On fait de vingt à vingt-cinq lavages consécutifs, pour épuiser jusqu'à absence d'acidité. Pour s'assurer que le lavage est terminé, on fait la touche au papier de tournesol sur un pain de sulfate découpé net-

tement avec une petite bêche ; si on rencontrait encore de l'acidité, on remettrait ce pain à sa place exacte et on continuerait les lavages.

La caisse qui reçoit les liquides filtrés et en bois et mesure $4^m00 \times$

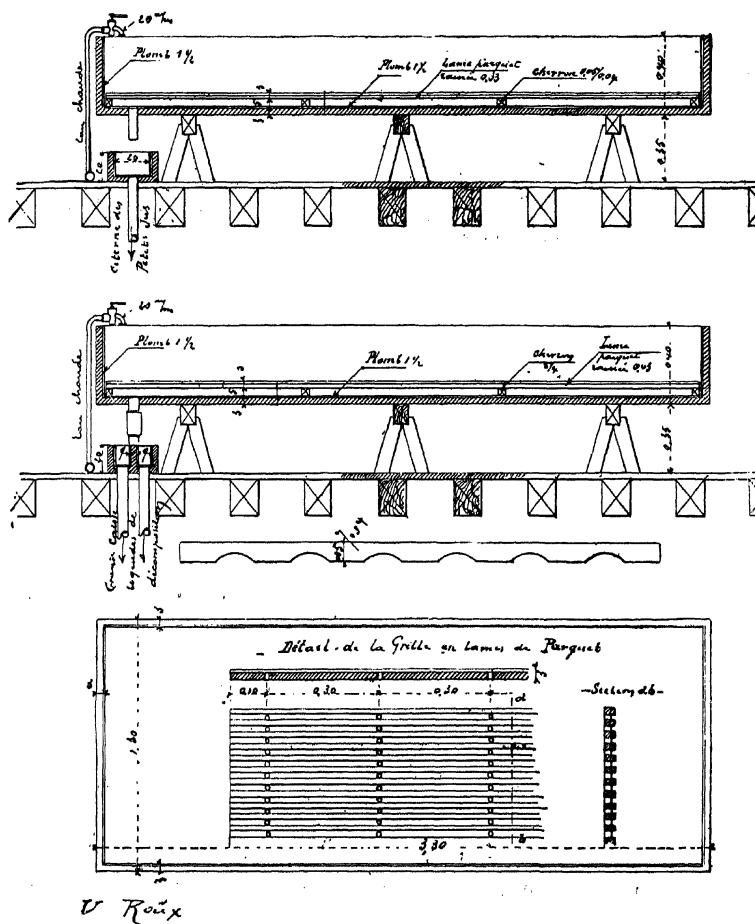



FIG. 70. — Caisses-filtres à tartrate ét à sulfate.

$4^m,00 \times 0^m,500$ de hauteur. Sa charpente est composée de deux cadres de pitchpin reliés par quatre montants d'angles de $0^m,15 \times 0^m,08$ et douze montants latéraux de $0^m,10 \times 0^m,08$. Les planches des parois ont $0^m,03$, celles du fond $0^m,04$ d'épaisseur ; tout l'intérieur est doublé en plomb de 2 millimètres. Cette caisse est divisée en trois compartiments ; le premier

ayant une largeur de 0m,75 reçoit les eaux de lavages faibles et communique par un tuyau de plomb avec la cuve à décomposition. Le deuxième compartiment a une largeur de 1m,25; il reçoit les liquides de premier jet et les eaux de lavages fortes. Ce deuxième compartiment communique par surverse avec le troisième au moyen de deux orifices placés à la partie supérieure de la cloison divisoire de façon que le sulfate de chaux entraîné par les liquides filtrés se dépose avant de pénétrer dans le troisième compartiment servant de réservoir pour les liquides à évaporer, qui sont puisés directement par le tuyau d'aspiration des appareils à vide.

Le volume du liquide filtré de premier jet, correspondant à une décomposition faite avec cinq ou six caisses de tartrate ayant occupé dix caisses à sulfate, est de 7.000 litres. Il contient 190 grammes d'acide tartrique par litre. Le lavage fort jusqu'à 4° B. représente un volume de 8.000 litres et contient 80 0/00 d'acide tartrique.

Une telle décomposition donne un ensemble de 15.000 litres de liquide à évaporer contenant 130 0/00 d'acide tartrique et pesant 14 à 15° B. Les petits jus au-dessous de 4° B. forment un volume de 17.000 litres contenant 18 0/00 d'acide tartrique.

Le volume total d'eau chaude employée pour le lavage complet est de 25.000 à 30.000 litres.

La durée des toiles est d'environ vingt décompositions; elles ne sont jamais enlevées pour le nettoyage des caisses; on ne fait que les remplacer lorsqu'elles sont usées. Quand une toile neuve est mise en place, on doit la mouiller avec de l'eau pour faciliter la filtration. Lorsqu'on coule le produit de la décomposition, on place sous le jet du liquide arrivant dans la caisse une plaque de cuivre rouge à bords relevés pour éviter l'usure trop rapide des toiles.

En employant des filtres-presses, on devrait compter deux filtres de 0m,800 × 0m,800 pour remplacer une caisse.

Le volume de solution à concentrer est d'environ 8.000 à 9.000 litres pour 1.000 kilogrammes d'acide cristallisé.

Appareils à concentrer dans le vide. — Ils sont de deux modèles différents, suivant le travail auquel ils sont destinés :

1° Les appareils évaporateurs (*fig.* 71 à 73) ayant deux serpentins concentriques de 72 × 84 millimètres;

2° Les appareils à granuler et ceux des liquides blancs (*fig.* 74 à 76) ayant un serpentin latéral de 45 × 60 continué en colimaçon sur le fond.

Ces appareils sont en plomb durci à 8 0/0 d'antimoine. L'épaisseur des parois varie de 30 à 40 millimètres. Les serpentins sont en plomb avec âme en cuivre et sont supportés par des sommiers à crans en plomb durci.

Les entrées et sorties de vapeur ont un diamètre de 40 millimètres. Les valves de charge et de décharge sont en plomb durci avec membrane de caoutchouc et ont respectivement des diamètres de 50 et 70 millimètres.

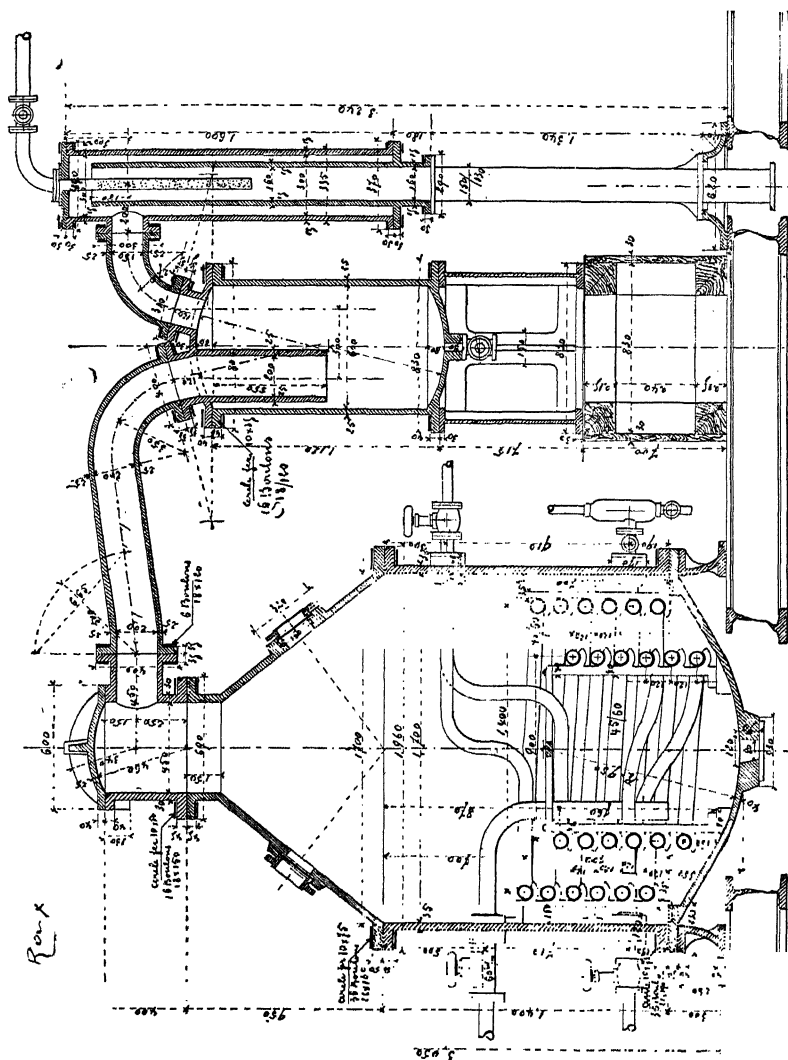



FIG. Appare ateu

Les brise-mousse ont pour diamètre $0^m,600$ et pour hauteur $1^m,100$; les condenseurs, s'ils sont à mélange, ont pour diamètre 240 millimètres et pour hauteur 1 mètre avec tube intérieur de 120 millimètres.

Ces appareils sont munis d'un trou d'homme dont le couvercle est maintenu par un chevalet en fer avec vis de pression.

Le serrage des boulons d'assemblage des diverses pièces en plomb durci se fait sur des cercles de fer plat servant de contre-brides.

FIG Appa pora

On admet généralement que 1 kilogramme de vapeur évapore 1 kilogramme d'eau; mais, pour compenser les pertes provenant de la condensation dans les conduites, il vaut mieux compter sur une consommation de $1^{kg},2$ de vapeur par kilogramme d'eau à évaporer. Pratiquement on

peut admettre une évaporation de 40 à 50 kilogrammes d'eau par mètre carré de serpentin et par heure avec vapeur à 3 ou 4 atmosphères.

La hauteur de la partie cylindrique de l'évaporateur égale les 4/5 du diamètre de la chaudière.

Cette même hauteur dans les appareils à granuler et ceux des blancs n'est plus que la moitié du diamètre de la chaudière.

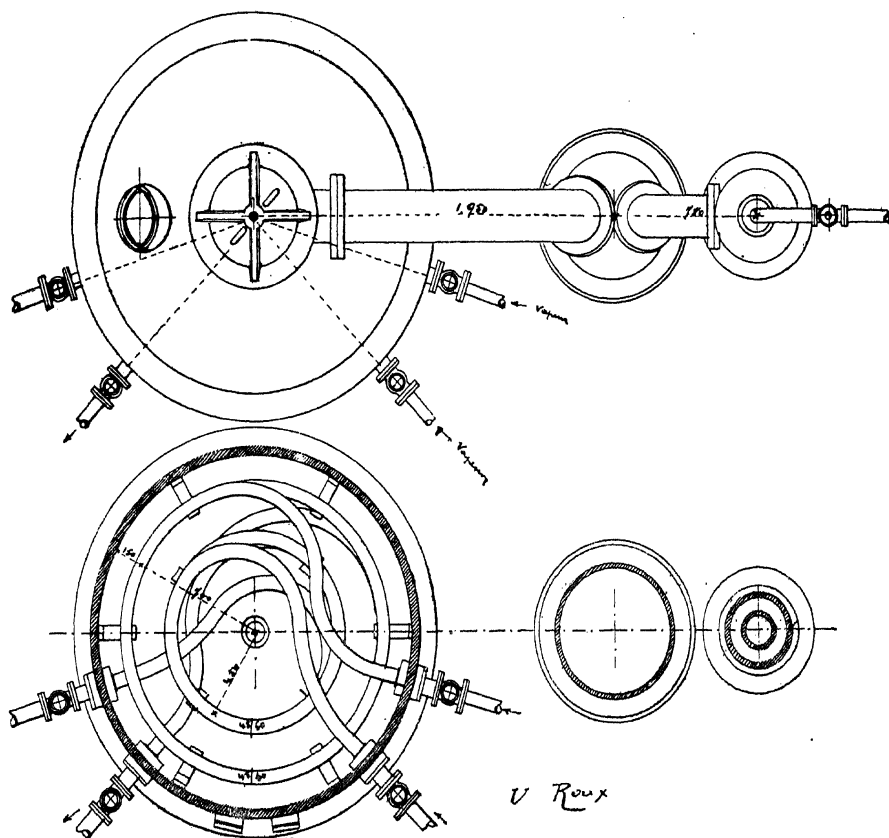



FIG. 73. — Appareil évaporateur.

On obtiendra des appareils de dimensions très pratiques en comptant des surfaces de serpentins de : 10 mètres carrés pour l'évaporateur et 6 mètres carrés pour les appareils à granuler et ceux des blancs.

La surface évaporatoire de ces appareils est respectivement de 600 kilogrammes et 360 kilogrammes d'eau par heure.

Ils ont pour dimensions principales :

Évaporateur : diamètre, $1^m,700$; hauteur de la partie cylindrique,

1^m,400; appareils à granuler et blancs : diamètre, 1^m,700; hauteur de la partie cylindrique, 0^m,800.

Il est nécessaire de brancher un tuyau d'eau sur la valve de vidange des appareils à granuler afin de dégorger cette valve qui est fréquemment obstruée, surtout quand on pousse trop loin la concentration.

Pour la description complète, le fonctionnement et les détails de construction des appareils à évaporer dans le vide, voir la note I de l'appendice, page 453.

a) Appareil à évaporer. — L'appareil à évaporer aspire une première charge de 1 mètre de hauteur de liquide, soit 2.500 litres que l'on concentre à la moitié de son volume. On recharge une deuxième fois et même une troisième si c'est nécessaire et on évapore de même. On porte ainsi en une opération 4.600 litres de liqueur à 14-15 B. et 130 0/00 d'acide tartrique à un volume de 1.100 litres de liquide à 28-30° B. contenant 450 grammes 0/00 environ d'acide tartrique.

La quantité d'eau évaporée est

$$4600 - 1100 = 3.500 \text{ litres,}$$

et l'évaporation dure

$$\frac{3500}{600} = 6 \text{ heures.}$$

Le liquide concentré est aspiré par un monte-jus en cuivre de diamètre 1^m,200, hauteur 1^m,500, qui l'envoie dans une cuve plombée de diamètre inférieur 2^m,350, diamètre supérieur 2^m,150, hauteur 2^m,100, où se dépose le sulfate de chaux.

Ce liquide est filtré à travers un filtre-presse de 0^m,800 $\times$ 0^m,800 à plateaux chambrés et serviettes de poils de chameau et il s'écoule dans une caisse plombée où il est repris par les appareils à granuler.

b) Appareil à granuler. — L'appareil à granuler aspire d'abord une charge de liquide concentré de 0^m,600 de hauteur que l'on maintient à peu près constante par de petites recharges consécutives et on concentre jusqu'à apparition du granulé.

Une opération traite environ 2.200 à 2.400 litres de liquide à 28° B. contenant 450 0/00 d'acide tartrique; il rend 1.000 litres de masse concentrée qui remplit une caisse à granuler et donne 700 kilogrammes de granulé essoré à 70 0/0 d'acide. La quantité d''eau évaporée est environ 1.200 litres; l'opération dure :

$$\frac{1200}{360} = 3 \text{ heures } 1/2.$$

c) Appareil des blancs. — L'appareil des blancs concentre le liquide de dissolution du granulé de première. Ce liquide est à 28° B. et renferme

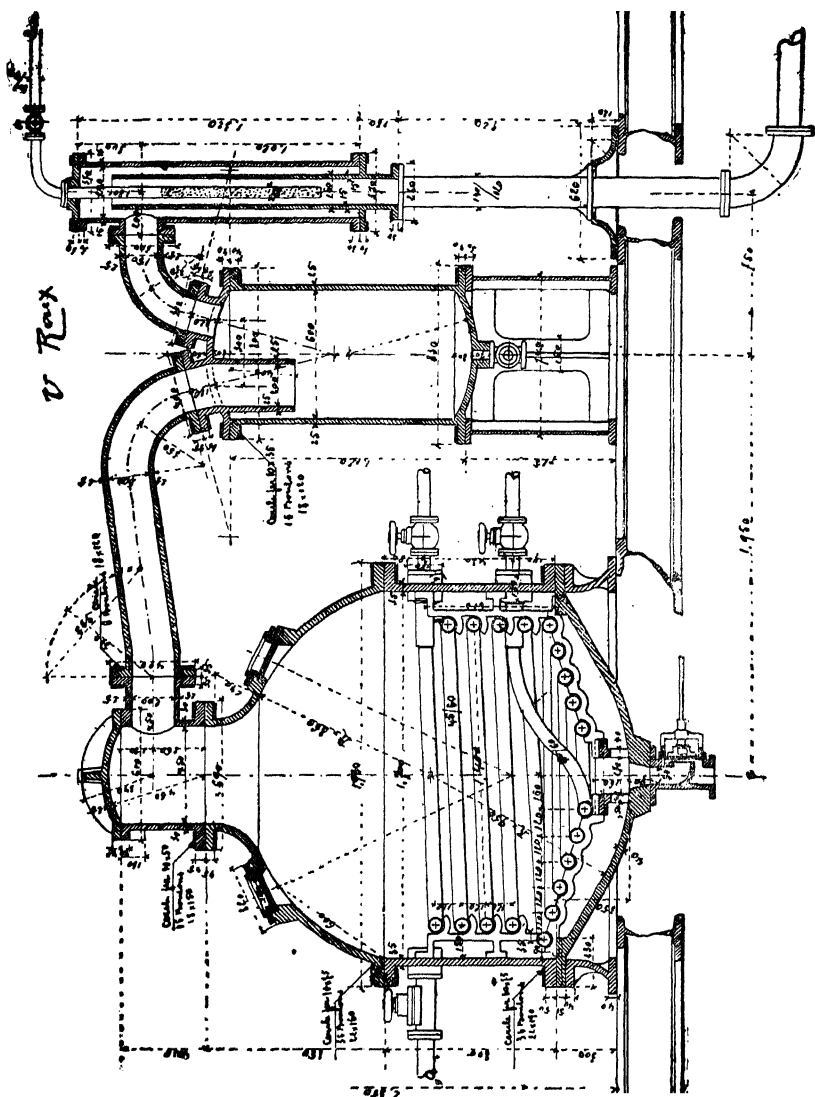



Fig. 74. — Appareil à granuler et blancs.

550 0/00 d'acide tartrique ; il le concentre à 39° 1/2 B. avec une teneur de 900 0/00.

Cet appareil traite en une opération environ 2.300 litres qu'il concentre jusqu'à un volume de 1.400 litres. L'eau évaporée est donc 900 litres et

l'opération dure :

$$\frac{900}{360} = 2 \text{ heures } 1/2.$$

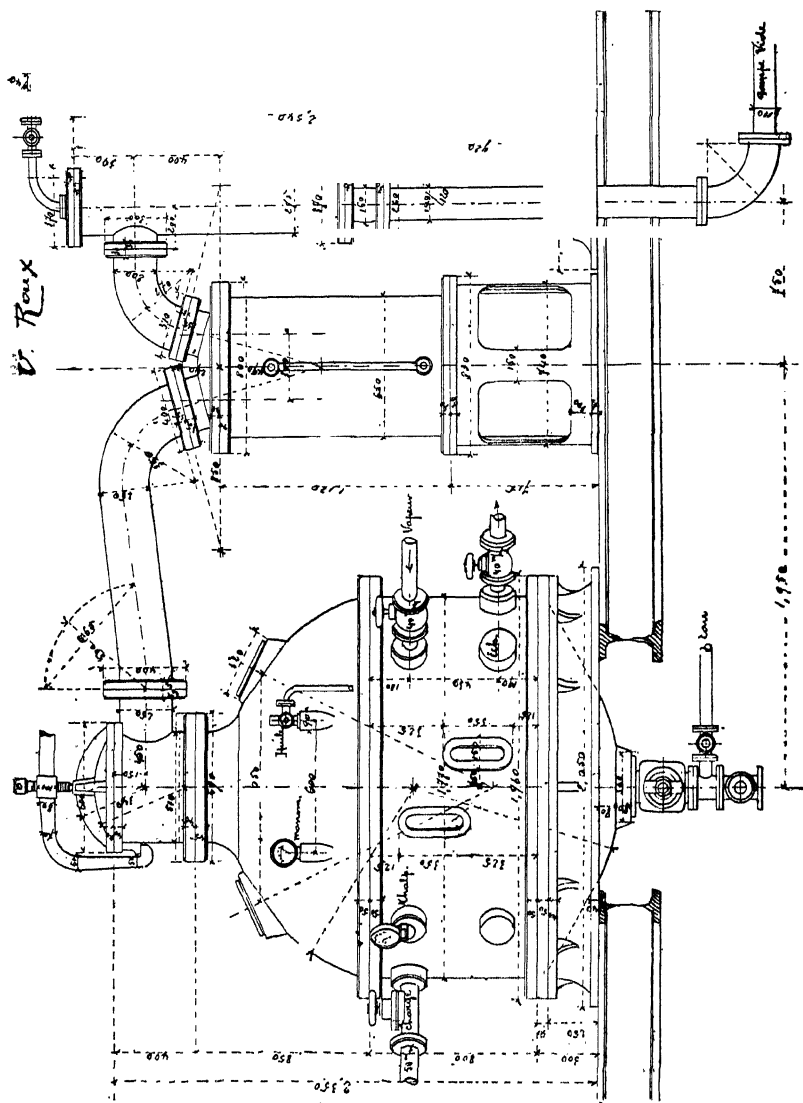



FIG App

Pour 1.000 kilogrammes d'acide emballé on fera :
Deux opérations à l'appareil des blancs;
Trois opérations à l'appareil à granuler;
Quatre opérations à l'évaporateur.

Caisses à granulé. — Les caisses à granulé sont doublées de plomb de 4 millimètres. Elles ont pour dimensions $3^m,300 \times 1^m,300 \times 0^m,350$. Après un refroidissement de douze heures, l'eau-mère et les impuretés qui surnagent sont enlevées et portées dans une grande caisse dans laquelle on ajoute de l'eau pour diluer la masse.

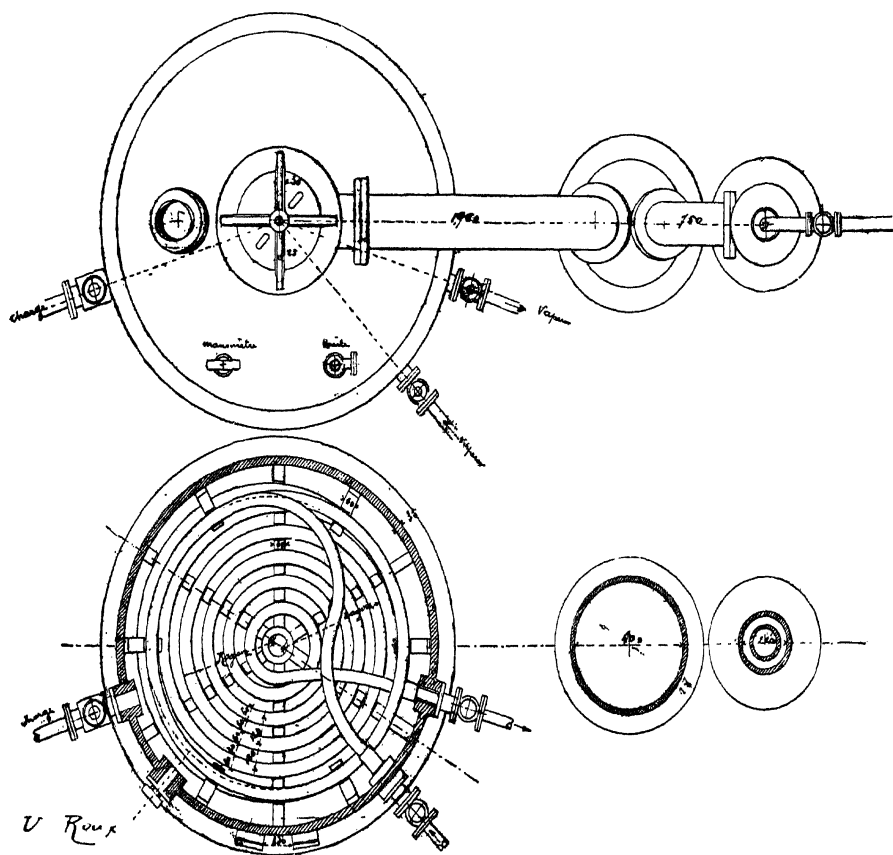



Fig. 76. — Appareil à granuler et blancs.

On brise ensuite le granulé du fond de la caisse au moyen d'une pince en cuivre rouge et on le détache sous forme de mottes qu'on expose à l'air. Les eaux-mères s'égouttent et s'écoulent peu à peu, et le granulé blanchit. On hache ce granulé au moyen de pelles à main en cuivre rouge, on le réduit en mortier et on le porte dans les turbines.

Une caisse à granulé correspond à une opération de l'appareil à granuler. Elle en rend environ 700 kilogrammes lavés et essorés contenant 70 0/0 d'acide.

Cuves à dissolution des granulés. — Elles sont en bois de pitchpin doublées de plomb de 5 millimètres. Elles ont pour dimensions :

Diamètre inférieur........................	2m,300
— supérieur........................	2
Hauteur..................................	1 750
Volume..................................	60 hectolitres.

On doit en prévoir deux, une pour les granulés de première et de deuxième, l'autre pour ceux de troisième. Elles sont munies d'un barboteur de vapeur en plomb de 30 millimètres et d'un tuyau d'eau de 40 millimètres. Tuyau d'arrivée du liquide, 40 millimètres. Ces cuves sont en communication avec une pompe à membrane dont les tuyaux d'aspiration et de refoulement portent une culotte avec robinet permettant soit de charger la cuve avec de l'eau-mère, soit de faire le mélange bien intime du liquide avec les divers réactifs au moyen de transvasements de bas en haut de la cuve.

Pour une dissolution de granulé de première, on met 0m,300 à 0m,350 de hauteur d'eau dans la cuve (1.300 litres), puis la vapeur jusqu'à atteindre et maintenir une température de 70-75° C sans dépasser ensuite 50 à 60 kilogrammes de noir en pâte et le granulé provenant de quatre caisses environ. On brasse et on ajoute du granulé jusqu'à obtenir une dissolution à 28° B. environ. Quand tout le granulé est introduit, on continue le brassage pendant une demi-heure afin que la matière colorante soit absorbée aussi bien que possible par le noir. On ajoute 4 ou 5 kilogrammes de prussiate de potasse pour enlever le fer en déterminant la quantité exacte de ce réactif par des essais sur des échantillons filtrés du liquide. On met enfin 30 à 35 kilogrammes d'acide sulfurique à 58° pour maintenir l'excès de 3 0/0 environ qui est nécessaire, et on filtre. Les liquides troubles des filtres retournent dans la cuve à dissolution. Une dissolution donne environ 4.800 litres de liquide à 28° B. contenant 550 grammes d'acide tartrique par litre et alimente deux opérations de blancs, ce qui correspond à la charge d'un cristallisoir.

Si la dissolution se fait avec des eaux-mères des blancs qui pèsent 36-37° B., on ajoute de l'eau pour ramener la densité à 28° B. On met le noir et le prussiate nécessaires, mais pas d'acide sulfurique, car ces eaux-mères en contiennent déjà une trop forte quantité.

On doit autant que possible mélanger une dissolution d'eaux-mères avec une dissolution de granulé. Dans cette dernière on ne met pas d'acide sulfurique; mais, comme les eaux-mères en ont un grand excès, l'ensemble de ces liquides se trouve dans une juste mesure.

Les dissolutions des granulés de deuxième et de troisième se font dans une cuve semblable. La dissolution des granulés de troisième ne se fait qu'à 25° B.

La présence du gras dans le tartrate influe beaucoup sur la filtration des liqueurs tartriques. Quand le tartrate en renferme une quantité no-

FIG. 77. — Filtration liqueurs concentrées.

table, ce gras, qui est dissous dans l'acide sulfurique, passe dans les liquides de dissolution et forme sur les toiles une sorte d'enduit graisseux qui rend la filtration très difficile. On est obligé de temps à autre de laver les toiles avec une brosse de crin végétal pour les dégraisser;

cette opération se fait sur place. Lorsque ces toiles sont trop sales, on les lave à grande eau dans un bassin après les avoir laissées tremper dans l'eau acidulée d'acide chlorhydrique.

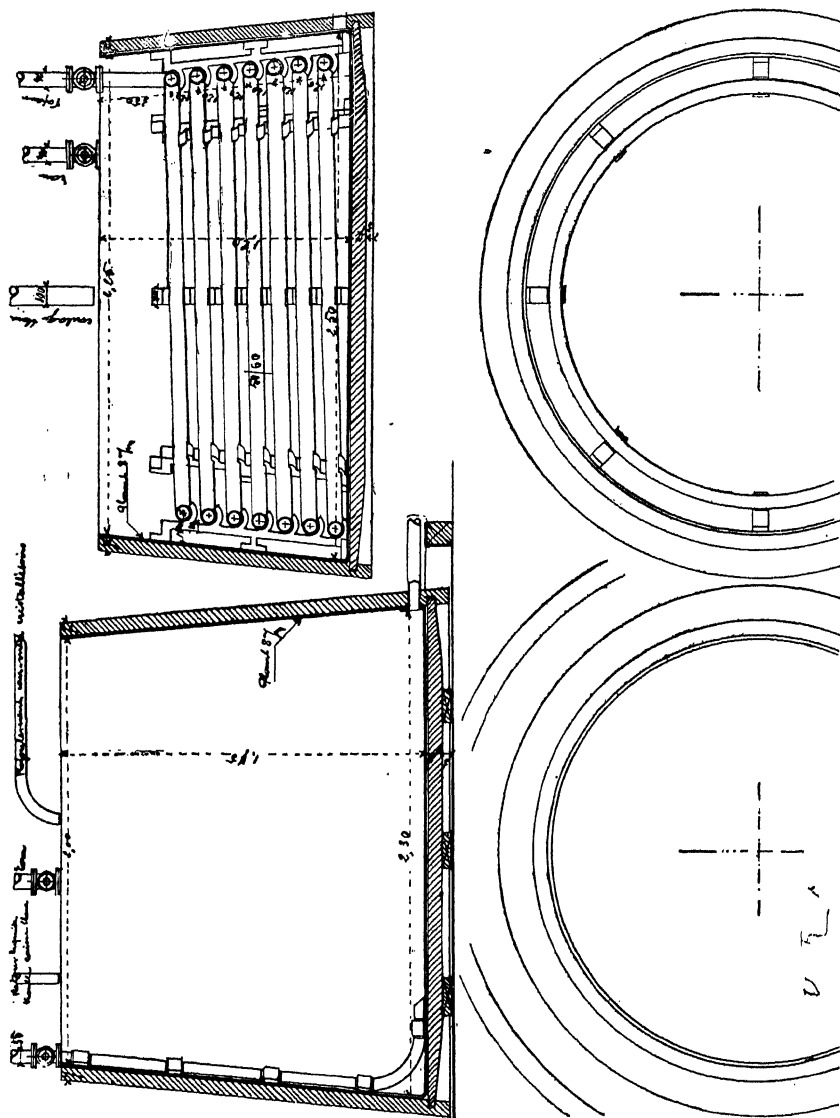



Fig. 78. — Cuves à dissolutions et à chlorate.

Cuves à chlorate. — Elles sont en bois doublé de plomb. Elles ont pour dimensions :

Diamètre supérieur	2^m,250
— inférieur	2 500
Hauteur	1 150
Volume	50 hectolitres.

Elles sont munies d'un serpentin de plomb de 50 × 60 maintenu contre leur paroi verticale au moyen de huit supports à crans en plomb durci.

On y verse deux opérations consécutives venant de l'appareil des blancs; le volume total du liquide est donc de 2.800 litres. On chauffe à 85° C. et on saupoudre la surface du liquide avec 5 à 7 kilogrammes de chlorate de potasse et même plus si c'est nécessaire. On suit la décoloration au moyen de prises d'échantillons filtrés. Quand la décoloration est complète, on porte la température à 90° C. Le liquide doit avoir une densité de 39° 1/2 B. Si la densité est plus forte, on ajoute de l'eau; si elle est plus faible, on ajoute un peu de granulé de première bien blanc. On laisse reposer pendant deux heures et on coule dans un cristallisoir.

Cristallisoirs. — Ils sont en plomb de 8 millimètres d'épaisseur aux parois et 10 millimètres au fond. Leur forme est tronc-pyramidale.

Dimensions supérieures	3^m,250 × 1^m,400
— inférieures	3 000 × 1 100
Hauteur	0 900
Volume	3.500 litres.

Ils sont emboîtés dans de fortes caisses de bois portant à leurs parties supérieure et inférieure deux cadres de 0^m,05 × 0^m,11.

Des montants placés sur les angles relient ces deux cadres, les parois verticales de ces caisses sont encastrées dans le cadre supérieur; le fond est cloué sous le cadre inférieur.

Un cristallisoir reçoit la charge entière d'une cuve à chlorate, soit 2.800 litres de liqueur, ce qui correspond à deux opérations de l'appareil des blancs. La cristallisation exige moyennement douze jours pour être complète. Un cristallisoir rend 1.000 kilogrammes d'acide cristallisé.

Avant de couler dans un cristallisoir, on doit examiner attentivement si le plomb est en bon état. Si on a le moindre doute en ce qui concerne sa parfaite étanchéité, on ne doit pas hésiter à l'examiner à l'eau. L'intérieur des cristallisoirs doit être lavé et brossé, puis essuyé avant le coulage; les baguettes de plomb sont lavées à l'eau chaude avant leur mise en place.

Le cassoir des cristaux mesure 1^m,300 de long, 1 mètre de large et 0^m,250 de haut. Il est monté sur quatre pieds; la partie avant est placée à 0^m,70 au-dessus du sol et celle arrière à 0^m,80; il est doublé en plomb de 3 millimètres.

Le séchoir ne sert guère que pendant l'hiver; il est en bois et mesure 10 mètres de longueur sur 1 mètre de largeur. Les étages sont espacés de 0m,50 et le plancher du premier étage se trouve à 0m,75 au-dessus du

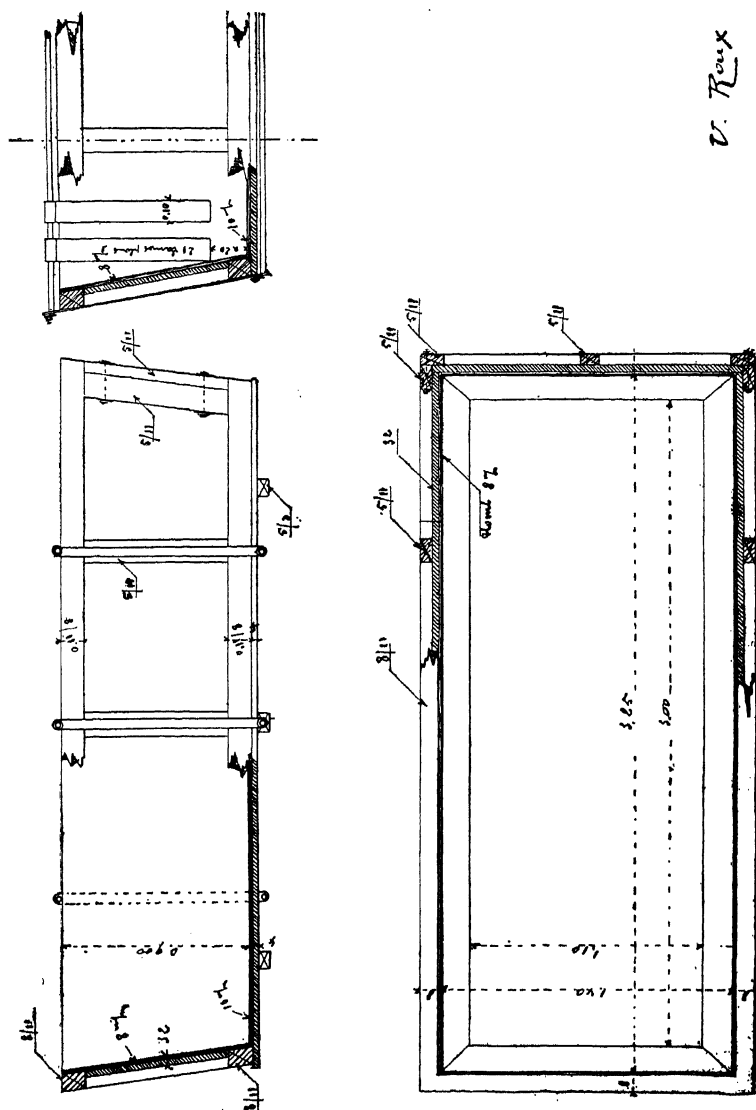



Fig. 79. — Cristallisoir.

sol laissant un espace vide, fermé hermétiquement, qui forme une réserve d'air chaud nécessaire pour préserver l'acide de l'humidité. Le chauffage se fait à la vapeur ou à l'eau chaude au moyen de tuyaux à ailettes en fonte. Il serait pourtant préférable d'employer des séchoirs à air chaud.

Essoreuses centrifuges ou turbines. — Pour rendre plus pratique la charge et la décharge des essoreuses, elles doivent avoir le dessus du panier complètement libre. C'est pourquoi on choisit de préférence

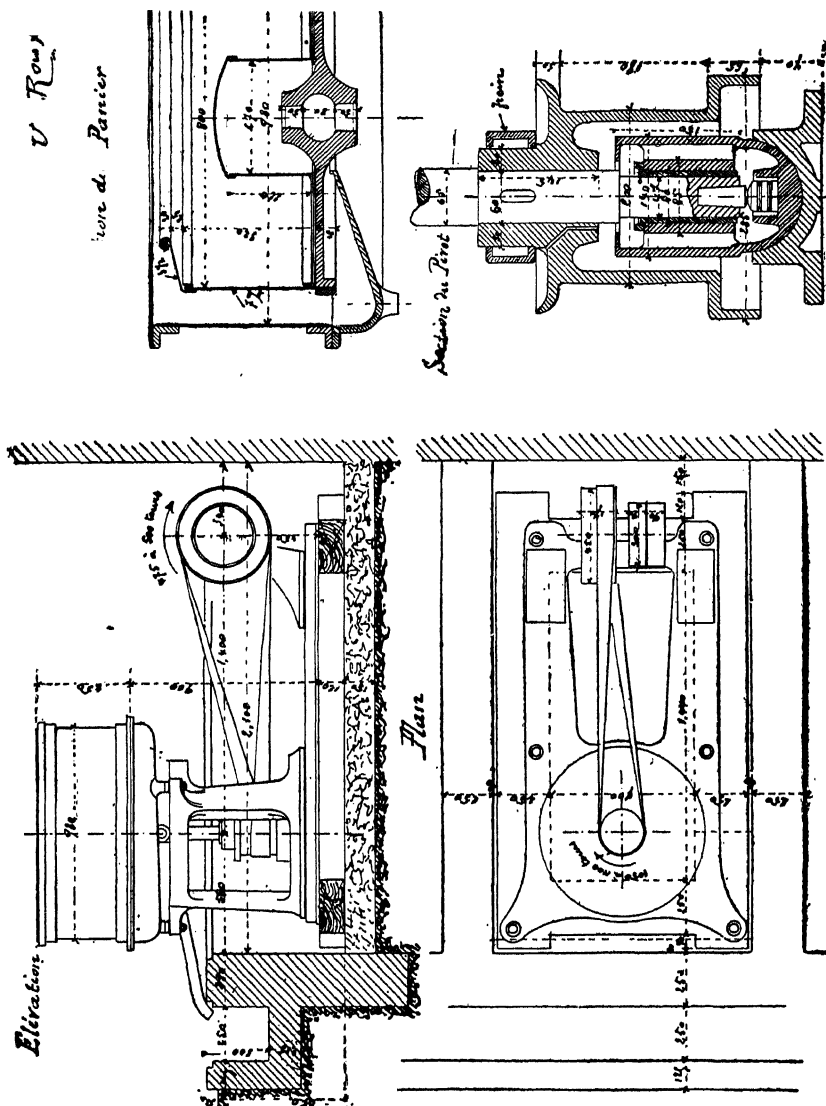



Fig. 80. — Essoreuse type Burghardt.

les turbines commandées par-dessous. La figure 85 représente le type Burghardt, de Mulhouse. La dimension la plus convenable du panier est celle de $0^{m},800$ de diamètre. Ce panier est en cuivre rouge renforcé.

On place à côté des turbines un petit tuyau d'eau auquel se raccorde

un tube de caoutchouc qui sert à asperger et laver la matière dans l'essoreuse.

Quatre citernes plombées d'une contenance de 1 mètre cube chacune sont ménagées à proximité de la batterie des turbines. Ces citernes sont fermées par des couvercles en bois.

La première citerne reçoit l'égout et le lavage des turbines de l'acide cristallisé. Ce liquide est envoyé ensuite dans la cuve de dissolution du granulé de première.

La deuxième reçoit l'égout et le lavage du granulé de première, plus le lavage (mais non l'égout) du granulé de deuxième ; ces liquides sont réunis à l'eau-mère du granulé de première et donnent par concentration le granulé de deuxième.

La troisième reçoit seulement l'égout du granulé de deuxième, lequel est ensuite aspiré par un appareil à évaporer qui le concentre et le transforme en granulé de troisième.

La quatrième enfin reçoit l'égout du granulé de troisième qui est envoyé à la saturation.

Les tubulures d'écoulement des turbines déversent le liquide dans des canaux, creusés dans le sol et soigneusement plombés, qui le conduisent dans les citernes.

Le canal d'écoulement des turbines du granulé de deuxième est partagé en deux rigoles qui divisent et conduisent séparément l'égout et le lavage dans leurs citernes respectives.

Les turbines marchent à une vitesse de 1.000 à 1.200 tours par minute. On les charge avec 70 kilogrammes de matière.

La puissance absorbée pendant le démarrage et l'accélération de vitesse est de 4 chevaux, cette puissance pendant la pleine vitesse, n'est plus que de 1 à $1\frac{1}{2}$ cheval. On compte moyennement une puissance de 2 1/2 chevaux pour chaque turbine en marche.

Une batterie de six turbines suffit pour les cristaux blancs et les divers granulés qui correspondent à une production journalière de 1.000 kilogrammes d'acide cristallisé ; mais il sera prudent d'en ajouter une de rechange pour les cas de réparation.

La toile filtrante placée à l'intérieur du panier est en fil de cuivre rouge à mailles serrées, dite toile rosette. Elle est isolée de la paroi du panier par une contre-toile à grandes mailles simples qui forme sommier et facilite l'écoulement du liquide.

On doit veiller attentivement à ce que les toiles métalliques soient toujours en parfait état. Quand elles sont percées, on doit les remplacer immédiatement, car si le granulé passe à travers, il peut produire un déséquilibre de la turbine et être une cause de très graves accidents.

Filtres-presses. — Les filtres-presses servent : 1° pour les liquides de décomposition après leur concentration à 28° B qu'ils débarrassent du sulfate de chaux ; 2° pour la séparation du noir des liquides de dissolution de granulés ou des eaux-mères.

Ces filtres sont du système *à chambres*, c'est-à-dire que l'espace réservé au tourteau est formé par les rebords saillants de deux plateaux voisins. Cet espace vide est d'environ 16 millimètres. Les serviettes filtrantes sont en tissus de poils de chameau : elles sont maintenues et serrées par des écrous creux en bronze qui donnent en même temps passage au liquide.

Les filtres ont vingt-quatre plateaux de $0^{m},800 \times 0,800$ en bois de pitchpin. Chaque filtre a une surface filtrante de 20 mètres carrés. Le volume total du tourteau est de 150 litres.

Un tablier en bois revêtu de plomb recueille les liquides sales ainsi que les lavages des plateaux et les conduit dans la cuve à dissolution des deuxièmes.

Cinq filtres sont nécessaires pour une fabrication journalière de 1.000 kilogrammes d'acide cristallisé. Deux servent pour les liquides de la décomposition concentrés dans l'évaporateur, deux pour la dissolution du granulé de première ou liqueurs blanches, un pour la dissolution des granulés secondaires.

Les liquides filtrés sont envoyés dans des caisses d'une capacité de 5.000 à 6.000 litres. Avant d'entrer dans sa caisse de dépôt, le liquide blanc pénètre dans un petit réservoir pouvant être mis en communication avec la cuve de dissolution des granulés secondaires, de façon à pouvoir y envoyer les liqueurs qui, par suite d'un accident aux serviettes, deviendraient troubles et risqueraient de souiller le liquide blanc déjà filtré qui se trouve dans la caisse de dépôt.

Pompes. — Pour les mouvements des acides chlorhydrique et sulfurique, on se servira avantageusement de monte-jus à air comprimé que l'on peut faire en fer revêtu de plomb intérieurement, mais qu'il est bien préférable de faire en plomb durci.

Pour les mouvements des liquides boueux et les transvasements des cuves à décantation, gras du tartrate, etc., on emploie les pompes centrifuges. Une dimension très convenable est la pompe n° 3 de Dument.

Ces pompes sont d'une simplicité extrême, elles conviennent spécialement pour les liquides épais, vaseux et les eaux chargées de sable. On les place au même niveau que le fond des cuves, de cette façon elles travaillent en charge et leur fonctionnement est certain.

On se servira d'une pompe en métal blanc avec soupapes à boulets pour envoyer le produit de la décomposition dans le bac distributeur

des caisses à sulfate : diamètre 120 millimètres ; course 400 millimètres ; tours 35 par minute. Pour les autres mouvements de liquide, petits jus de lavage du sulfate, liquides de dissolution des granulés de troisième,

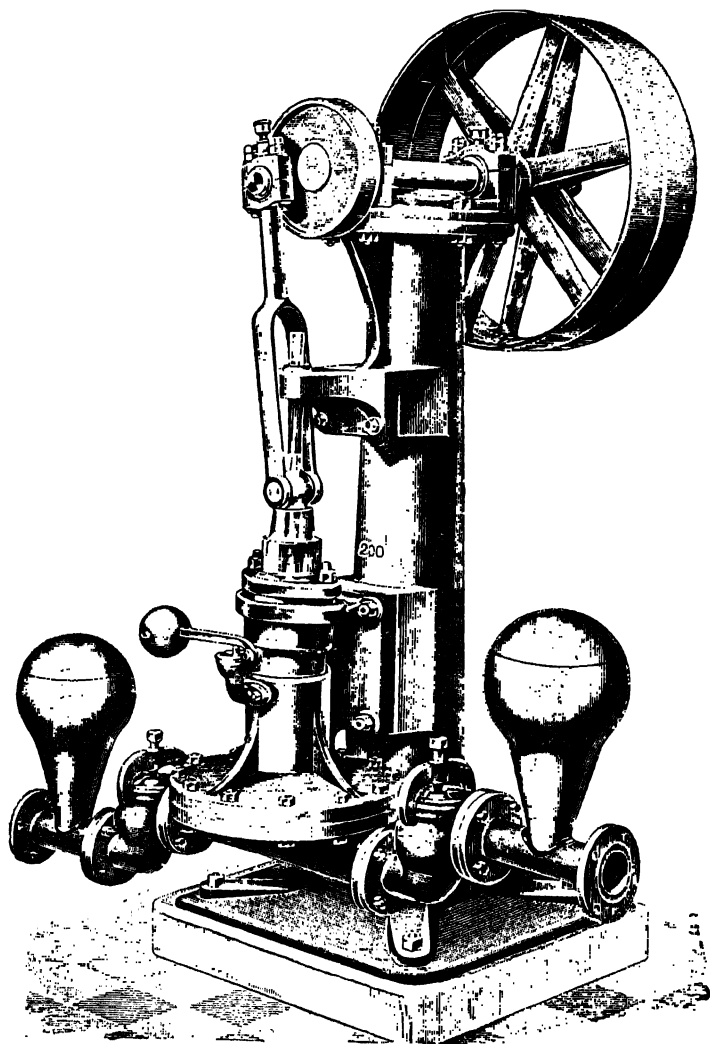



Fig. 81. — Pompe à membrane.

etc., on adoptera les pompes à membranes de caoutchouc de diamètre 100 millimètres, course 160 millimètres, tours 50 par minute.

Ces pompes ont le corps supérieur en fonte et le corps inférieur en plomb antimonié; le piston plongeur se meut dans une chambre pleine

d'eau qui est terminée par une membrane flexible en caoutchouc dont la face extérieure est seule en contact avec le liquide à pomper.

Suivant que le piston aspire ou refoule l'eau contenue dans la chambre,

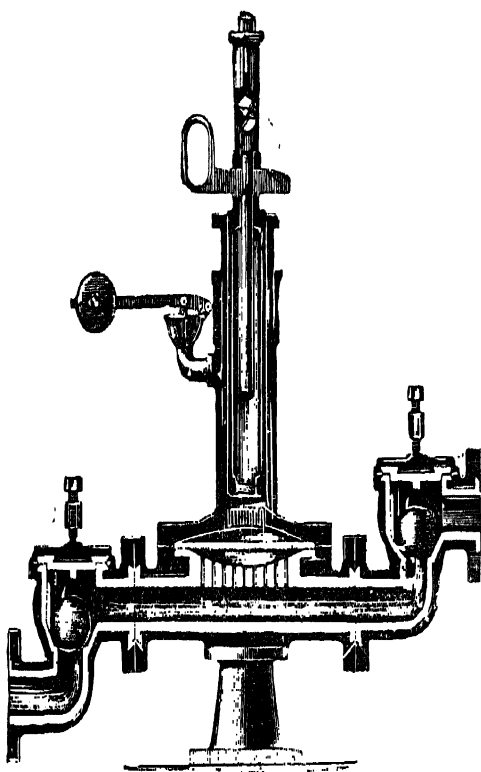



Fig. 82. — Section de la pompe à membrane.

la membrane se contracte ou se dilate, transmettant ainsi les variations de pression au liquide qui est alternativement aspiré, puis refoulé.

Ces pompes ont généralement des soupapes à boulets de caoutchouc avec âme métallique.

CHAPITRE II

PROJET D'INSTALLATION D'UNE FABRIQUE D'ACIDE TARTRIQUE PAR LE PROCÉDÉ ACIDE POUR UNE PRODUCTION MENSUELLE DE 50.000 KILOGRAMMES EN TRAITANT DES LIES A 20-24 0/0.

CALCUL DES APPAREILS

En comptant sur vingt-cinq jours de travail par mois, on devra produire 2.000 kilogrammes d'acide par jour.

On emploiera comme matières premières des lies faisant 20 à 24 0/0 d'acide total. Pour la production nette de 2.000 kilogrammes, nous devrons mettre en fabrication 2.200 kilogrammes d'acide minimum, ce qui correspond à un poids de lie de :

$$\frac{2200 \times 100}{22} = 10.000 \text{ kilogrammes.}$$

Cuves à cuites. — Une cuve à cuites de : diamètre inférieur $2^{m},100$, diamètre supérieur 2 mètres, hauteur $1^{m},400$, volume 45 hectolitres, emploie une heure et demie pour cuire une charge de 1.000 kilogrammes de lie. En comptant les temps de charge et de décharge, nous admettons qu'une cuve fera trois opérations par jour, soit un traitement de 3.000 kilogrammes de lie. Quatre cuves seraient donc capables de traiter 12.000 kilogrammes de lie, mais pour avoir un rechange on en devra installer cinq.

Cuves de décantation et filtres-presses pour tourteaux. — Les cuves auront :

Diamètre supérieur	$2^{m},900$
— inférieur	3 200
Hauteur	2 200
Volume	160 hectolitres.

Chaque cuve reçoit trois cuites ou 3.000 kilogrammes de lie à 20-24°

correspondant pratiquement à 550-600 kilogrammes d'acide cristallisé. Nous devrons par conséquent compter sur les liquides de

$$\frac{2200}{550} = 4 \text{ cuves.}$$

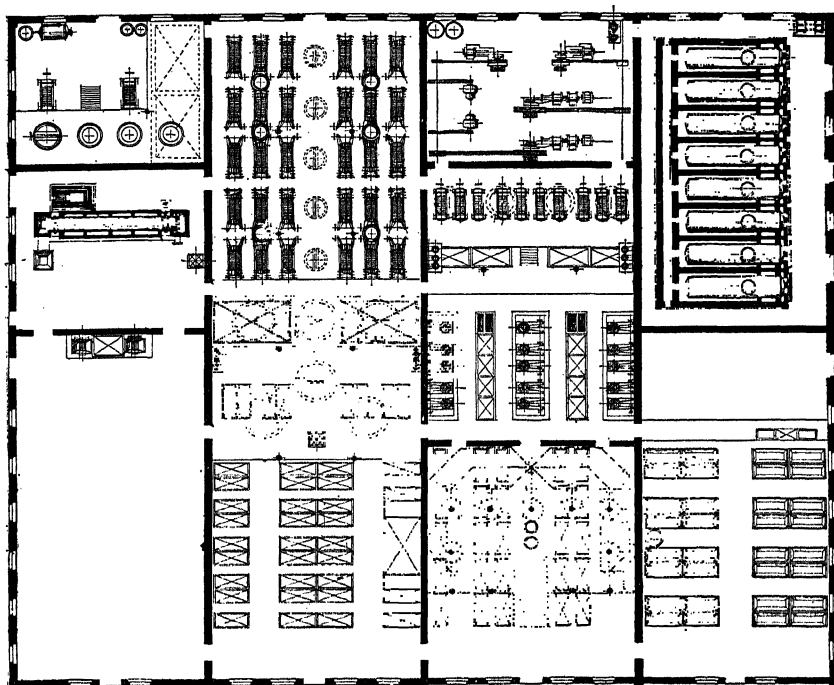



Fig. 83. — Plan. U. Roux.

Puisque une cuve demande quinze jours pour son épuisement, le nombre total des cuves à installer sera de

$$4 \times 15 = 60.$$

Avec un travail de jour seulement, nous compterons 1 litre de chambre par kilogramme de lie sèche, soit 10.000 litres de chambre. Un filtre de $0^m,800$ à vingt cadres de $0^m,03$ ayant un volume de chambres de 300 litres, nous aurons besoin de :

$$\frac{10000}{300} = 34 \text{ filtres}$$

de ces dimensions ; mais, en tenant compte d'une réserve pour commencer le travail, nous en adopterons 40.

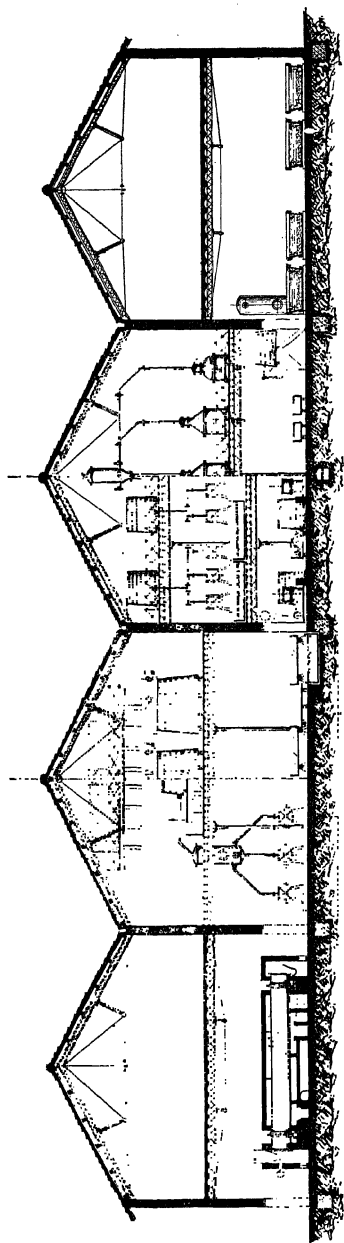



Fig. 84. — Coupe transversale.

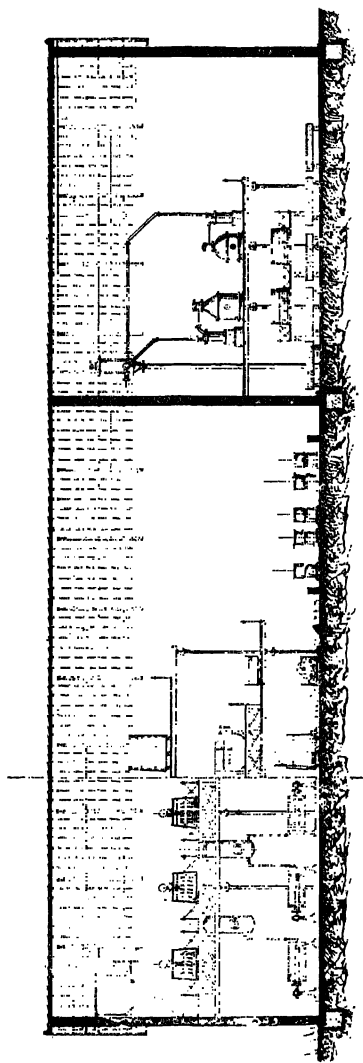



Fig. 84 *bis*. — Coupe longitudinale.

Le compresseur pour les monte-jus devant fournir 150 mètres cubes d'air aspiré par heure et par tonne d'acide, nous choisirons un compresseur capable d'en donner 300 mètres cubes, ce qui correspond à 100 mètres cubes d'air comprimé à 2 atmosphères. Ce compresseur aura pour dimensions :

Diamètre	300 millimètres.
Course du piston	400 —
Tours par minute	100

Filtres-presses pour cuites. — Si, au lieu d'une cuverie à décantation, on faisait la filtration directe des cuites, on prendrait des filtres de $1^m,00 \times 1^m,00$ ayant trente chambres d'un volume total de $0^{m3},500$.

Ces filtres épuisent 350 kilogrammes de lie sèche en une opération; ils fournissent trois opérations par vingt-quatre heures, ce qui correspond à un travail de 1.000 kilogrammes de lie par vingt-quatre heures. Mais, comme le travail se ferait de jour seulement, la quantité de lie traitée par jour serait réduite à 500 kilogrammes et le nombre de filtres devrait être :

$$\frac{12000}{500} = 24.$$

On en prendra 28 et on aura ainsi une réserve pour commencer le travail.

Dans ce cas, on supprimerait les soixante cuves à décantation et les quarante filtres à tourteaux épuisés

Saturateurs.

Diamètre supérieur	$3^m,400$
— inférieur	3 900
Hauteur	2 500
Volume	260 hectolitres.

Un tel saturateur fera journellement une opération de 20.000 litres de liquide. Chaque cuve à décantation fournit un minimum de 24.000 litres à saturer, les quatre cuves en donneront 100.000 litres. On devrait donc prévoir cinq saturateurs ; mais, pour avoir le vide au commencement du travail, on en installera six. En faisant la filtration directe des cuites, on devrait compter un volume de liquide de 4.000 à 5.000 litres par 1.000 kilogrammes de lies entre le liquide de premier jet et le lavage fort, soit pour 10.000 kilogrammes de lie un volume total de jus égal à 50.000 litres. Dans ce cas, trois saturateurs seraient suffisants, mais on en installerait quatre.

Caisses ou filtres à tartrate. — Caisses de $3^m,300 \times 1^m,300 \times 0^m,400$.

Une saturation donne 1.200 kilogrammes de tartrate à 30-40 0/0 d'humidité et remplit une caisse. On devra donc prendre autant de caisses que de saturateurs, soit six. Mais, en tenant compte du vide nécessaire pour le commencement du travail, on en installera huit.

Si au lieu de caisses on préférait laver le tartrate au moyen de filtres-presses, on compterait 100 litres de chambres pour laver 100 kilogrammes de tartrate humide en cinq heures. Le poids de tartrate donné par les cinq saturations sera d'environ 6.000 kilogrammes. 100 litres de chambre laveront 200 kilogrammes de tartrate humide en un jour. Donc, volume total de chambre nécessaire :

$$\frac{7000 \times 100}{200} = 3.500 \text{ litres.}$$

On prendrait par conséquent :

$$\frac{3500}{300} = 12 \text{ filtres de } 0^m,800 \times 0^m,800, \text{ plus 2 de rechange,}$$

ou bien :

$$\frac{3500}{500} = 7 \text{ filtres de } 1^m,00 \times 1^m,00, \text{ plus 1 de rechange.}$$

Cuves à décomposition.

Diamètre supérieur...............	$3^m,400$
Diamètre inférieur................	$3^m,900$
Hauteur..........................	$2^m,500$
Volume..........................	260 hectolitres

Une décomposition dans une cuve de cette dimension se fait avec environ 5.600 kilogrammes de tartrate et correspond à 1.500 kilogrammes d'acide cristallisé. Nous devons prévoir la décomposition de 7.000 à 8.000 kilogrammes de tartrate humide. Nous installerons par conséquent deux cuves semblables en alternant une et deux opérations journalières et comme, en cas de besoin, la production pourrait être assurée avec une seule cuve, nous n'en prendrons pas d'autre comme rechange.

Caisses à sulfate. — Caisses de $3^m,300 \times 1^m,300 \times 0^m,400$.

Une décomposition de 5.000 kilogrammes de tartrate emplit dix caisses à sulfate. Pour décomposer journellement 7.000 à 8.000 kilogrammes de tartrate, nous devrons installer seize caisses. Mais ce chiffre devra être presque doublé de façon à pouvoir épuiser complètement le sulfate sans retarder la fabrication.

Nous installerons par conséquent trente caisses.

Appareils à évaporer dans le vide. — a) *Appareil des blancs.* — Pour une production de 2.000 kilogrammes d'acide cristallisé, nous devrons tomber journellement deux cristallisoirs.

La charge d'un cristallisoir se compose de 2.800 litres de liquide contenant 900 grammes d'acide par litre. Les deux cristallisoirs demanderont 5.600 litres contenant 5.000 kilogrammes d'acide total et, comme une opération de blancs rend 1.400 litres de liquide à 39°,5 B., nous devrons faire :

$$\frac{5600}{4} = 4 \text{ opérations.}$$

Une opération dure deux heures et demie. En tenant compte du temps employé pour la décharge, la recharge et la mise en ébullition, nous compterons au moins quatre heures. Le travail se fera de jour et de nuit et par conséquent un appareil sera suffisant; mais il sera prudent d'en installer deux.

b) *Appareils à granuler.* — Pour fournir ces 5.600 litres de liquides blancs à 900 grammes acide par litre ou 5.000 kilogrammes acide total, on a dû prendre environ 9.600 litres de dissolution de granulé de première à 28-30° B. contenant 550 0/00 d'acide.

Admettons que dans l'ensemble des dissolutions de première les eaux-mères des blancs apportent la moitié de la quantité d'acide, nous aurons :

Acide total du liquide de dissolution................	5.200^{kg}
Acide fourni par l'eau-mère blanche................	2.600
Acide à fournir par le granulé de première..........	2.600^{kg}

Le granulé essoré et lavé contient 90 0/0 d'acide, nous devrons donc fournir un poids de granulé de

$$\frac{2600}{0,90} = 3\ 000 \text{ kilogrammes environ.}$$

Une opération à l'appareil à granuler donne 700 kilogrammes de granulé essoré et lavé, l'appareil devra donc faire :

$$\frac{3000}{700} = 4\ 1/2 \text{ opérations par jour}$$

de granulé de première ; nous en admettrons 5.

L'appareil emploie trois heures et demie pour une opération. Pour compenser les pertes de temps nous admettrons cinq heures. Nous devrons installer :

Deux appareils à granuler des premières,

Plus un appareil à granuler des deuxièmes.

c) Appareils à évaporer. — Une opération à granulé se fait avec 2.200 litres de liquide concentré à 28°. Les quatre opérations et demie de granulé de première demanderont

$$2200 \times 4,5 = 9.900,$$

soit 10.000 litres de liquide concentré à 28-30° B.

Mais toute cette quantité de granulé de première ne sera pas fournie par les liquides de la décomposition. Une partie que nous pouvons estimer comprise entre le tiers et la moitié est fournie par les granulés secondaires qui sont transformés en première. Si nous admettons que 4.000 litres de liquide sont fournis par la dissolution des granulés secondaires, il resterait 6.000 litres qui doivent être fournis par la concentration directe des liquides de la décomposition.

Une évaporation se fait avec 4.600 litres de liquide de la décomposition et donne 1.100 litres de liquide à 28-30° B.

Pour donner les 6.000 litres de liquide à 28-30° B. qui sont nécessaires, on devra évaporer :

$$\frac{6000 \times 4600}{1100} = 25.000 \text{ litres,}$$

et on fera :

$$\frac{25000}{4600} = 5\ 1/2 \text{ évaporations.}$$

Une évaporation durant six heures, un appareil fera au maximum quatre opérations par vingt-quatre heures. On devra donc installer deux appareils évaporateurs.

Nous avons compté un peu largement les opérations des appareils à évaporer. Mais ceci donne une plus grande aisance dans le travail et permet de ne pas trop se ressentir des arrêts occasionnés par les réparations assez fréquentes de ces appareils.

Cuves à dissolution.

Diamètre supérieur.................	2^m,000
Diamètre inférieur.................	2^m,300
Hauteur.........................	1^m,150
Volume.........................	60 hectolitres

On devra faire journellement 9.600 litres de solution de granulé de première à 28-30° B. Une cuve donne 4.800 litres, on devra donc faire deux dissolutions par jour et on installera deux cuves pour les granulés de première.

On en installera également deux pour les granulés secondaires.

Cuves à chlorate.

Diamètre supérieur................	2^m,250
Diamètre inférieur................	2^m,500
Hauteur........................	1^m,150
Volume.........................	50 hectolitres

Une cuve à chlorate reçoit deux opérations des blancs. Une seule cuve pourrait suffire; mais, pour ne point s'exposer à retarder les évaporations des blancs, il sera bon d'en installer deux.

Caisses à granulé. — 3^m,300 × 1^m,300 × 0^m,350.

On fera moyennement cinq opérations de granulé de première, deux opérations de granulé de deuxième, et une de troisième. Soit huit opérations de granulés par jour.

On doit installer trois caisses par opération, y compris séjour et rechange : total, vingt-quatre caisses.

Cristallisoirs. — 3^m,250 × 1^m,400, 3^m × 1^m,100; hauteur, 0^m,900; volume, 35 hectolitres.

On tombera deux cristallisoirs par jour. Un cristallisoir demande quinze jours pour que la cristallisation soit complète. Donc trente cristallisoirs seraient nécessaires, mais il sera bon d'en avoir au moins deux de rechange et on en installera trente-deux.

Turbines centrifuges. — Pour 1.000 kilogrammes d'acide emballé, une batterie de six turbines est nécessaire. Pour les 2.000 kilogrammes, on en prendra quatorze en comprenant dans ce nombre deux turbines de rechange.

Filtres-presses pour liquides de dissolutions. — Ils auront pour dimension 0^m,800 × 0^m,800.

Nous en prendrons dix :

Trois pour les liquides concentrés dans l'évaporateur;

Quatre pour les liquides de dissolution du granulé de première;

Trois pour les liquides de dissolution des granulés secondaires.

Pompes. — Pour la cuverie, transvasements et mouvements de liquides siphonnés et petit jus, nous prendrons quatre pompes centrifuges Dumont n° 3.

Pour le service des saturateurs, deux pompes centrifuges Dumont n° 3.

Pour les cuves à décomposition, une pompe à boulets avec piston plongeur (diamètre, 120 millimètres; course, 400 millimètres; nombre de tours par minute, 35).

Pour mouvements d'eaux-mères, dissolutions de granulés, etc., six pompes à membrane (diamètre, 100 millimètres ; course, 160 millimètres ; nombre de tours par minute, 50).

Condenseur des appareils à évaporer. — Nous adopterons une station centrale avec condenseur barométrique (voir appareils à évaporer dans le vide, Appendice). Nous aurons à évaporer :

1° Aux évaporateurs :	
Liquide de décomposition du tartrate :	
5 opérations de 3.500 litres	17.500
2° Aux appareils à granulé :	
Granulé de première : 4 1/2 opérations de 1.200 litres avec liquide de l'évaporateur	5.400
Granulés secondaires : 2 1/2 opérations de 1.200 litres	3.000
3° Aux appareils des blancs : 4 opérations de 1.000 litres	4.000
Eau totale à évaporer	29.900

Nous compterons pour plus de sûreté une fois et demie cette quantité, soit 45.000 litres.

Le travail aux appareils se fera de jour et de nuit ; l'évaporation par heure sera :

$$\frac{45\,000}{20} = 2.250 \text{ kilogrammes d'eau.}$$

On devra fournir au condenseur une quantité de :

$$2250 \times 20 = 45.000 \text{ litres d'eau par heure.}$$

Le volume que la pompe à air devra développer par heure sera

$$2250 \times 0,2 = 450 \text{ mètres cubes,}$$

ce qui correspond comme dimensions à :

Diamètre	350 millimètres
Course	500 —
Tours	90

La force motrice absorbée par cette pompe sera de :

$$2250 \times 0,005 = 12 \text{ chevaux.}$$

Le volume du condenseur sera :

$$2250 \times 0,4 = 900 \text{ litres,}$$

que l'on pourra porter à 1.200 pour prévoir des augmentations possibles et on le fera de dimensions :

Diamètre........................	900 millimètres
Hauteur........................	2.000 —

Noir. — La consommation est de 8 kilogrammes par 100 kilogrammes d'acide cristallisé.

Nous consommerons :

$$\frac{8 \times 2000}{100} = 160 \text{ kilogrammes}$$

et nous devrons faire une installation capable d'atteindre une production maximum de 250 à 300 kilogrammes.

Nous prendrons trois cuves de diamètre supérieur $2^m,100$, diamètre inférieur $1^m,900$, hauteur $1^m,300$, traitant en une opération 700 kilogrammes de noir en poudre qui rendent 500 kilogrammes de noir en pâte avec une durée de traitement de cinq jours.

De plus :

Un saturateur à phosphate :

Diamètre supérieur................	$2^m,200$
Diamètre inférieur................	$2^m,500$
Hauteur..........................	$1^m,600$
Volume...........................	70 hectolitres

Deux filtres à noir de $0^m,800 \times 0^m,800$ avec vingt-quatre chambres ;

Un filtre à phosphate de $0^m,800 \times 0^m,800$ avec vingt-quatre cadres de $0^m,03$.

Eau. — La quantité d'eau journellement nécessaire sera :

3 lavages à 4 cuves de décantation : 3 × 4 × 18.000 ..	216.000
Lavage du tartrate de 6 caisses à 2.000 litres l'une.....	12.000
Décomposition quand on n'a pas de jus faible à disposition..	15.000
Lavage du sulfate..................................	5.000
Condenseur appareils à vide.........................	1.000.000
Dissolution granulés et eaux-mères.................	20.000
Purification noir..................................	30.000
Turbines, lavages filtres..........................	20.000
Lavages et rinçages divers.........................	87.000
Chaudières à vapeur (compris force motrice).........	150.000
Par 24 heures..........................	1.555.000

ou par heure 80 mètres cubes environ que nous porterons à 100 mètres cubes.

Puissance.

3 moulins à meules de la Ferté de $1^m,50$ de diamètre.	18 chevaux
3 cuves à cuites qui fonctionnent constamment..	3 —
4 pompes Dumont n° 3, service de la cuverie......	10 —
1 compresseur monte-jus filtres à tourteaux......	25 —
6 satureurs..................................	9 —
2 pompes centrifuges gras et liquides............	5 —
2 cuves décomposition........................	3 —
Leur pompe..................................	3 —
6 pompes à membranes........................	12 —
12 turbines centrifuges........................	24 —
1 pompe à vide condenseur barométrique central des appareils à évaporer......................	12 —
1 pompe à eau................................	7 —
	131 —
30 0/0 pertes transmissions et divers.........	39 —
TOTAL....................	170 chevaux

Chaudières à vapeur. — Tous les chauffages des cuites, des décompositions, dissolutions, etc., se font par barboteur de vapeur et à une température inférieure à 80° C. Nous devons par conséquent calculer le poids de vapeur nécessaire pour porter 1.000 litres de liquide à une température de 80° et nous nous servirons de ce résultat pour déduire le poids de vapeur à fournir à chaque opération suivant le volume du liquide.

Formule générale :

$$P = \frac{t' - t^o Q}{606,5 + (0,305t - t')};$$

avec vapeur à 6 atmosphères, $t = 165°$. Le liquide étant porté de $t^o = 15°$ à $t' = 80°$, nous aurons pour 1.000 litres :

$$P = \frac{(80 - 15) \times 1000}{606,5 + [(0,305 \times (165 - 80)]} = 102 \text{ kilogrammes};$$

mais, pour compenser les pertes par la condensation dans les conduites, pour porter les matières solides à la température de 80°, etc., nous compterons 150 kilogrammes de vapeur par 1.000 litres de liquide à chauffer.

La quantité totale de vapeur dépensée sera :

12 cuites de lie, volume 36.000 litres à 150 kilogrammes 0/00....	5.400 kg
2 décompositions, volume 20.000 litres à 150 kilogrammes 0/00...	3.000
8 dissolutions granulés ou eaux-mères, volume 40.000 litres......	6.000
Cuite au lavage noir...	1.200
Par journée de 10 heures..................................	15.600 kg

Soit, poids de vapeur par heure :

$\frac{15\,600}{10}$ .... 1.560^{kg}

La consommation de vapeur aux appareils à évaporer est pratiquement de $1^{kg},2$ par kilogramme d'eau évaporée.
L'évaporation par vingt-quatre heures étant de 45.000 litres, la vapeur à consommer sera $45000 \times 1,2 = 54.000$ kilogrammes par vingt-quatre heures, ou par heure $\frac{54\,000}{24}$ 2.250
Pour une machine à vapeur de 170 chevaux...................... 3.400
Poids total de vapeur par heure.................. 7.210^{kg}

Comptant sur une vaporisation de 15 kilogrammes par heure et par mètre carré de surface de chauffe, nous devrons avoir aux chaudières une surface de chauffe totale de :

$$\frac{7210}{15} = 480 \text{ mètres carrés.}$$

Nous prendrons des chaudières Cornouailles de 80 mètres carrés de surface. On devra avoir en fonction $\frac{480}{80} = 6$ chaudières et nous en installerons 8 pour en avoir deux de rechange qui permettront les nettoyages périodiques.

Ces chaudières auront pour dimensions :

Timbre..	7 kilogrammes
Corps de chaudière : diamètre $2^m,150$; longueur.	9 mètres
Deux foyers intérieurs : diamètre $0^m,800$; longueur...................................	9 —
Poids total avec accessoires....................	18.000 kilogrammes

Cheminée. — En comptant sur une vaporisation de 8 kilogrammes d'eau par kilogramme de charbon, la consommation totale de charbon par heure sera de :

$$\frac{6\,810}{8} = 850 \text{ kilogrammes.}$$

En fixant la hauteur de cette cheminée à 45 mètres et en employant la formule de Montgolfier qui donne des résultats suffisamment approchés de celle plus compliquée de Péclet, souvent employée, nous aurons pour la section au sommet :

$$S = 1,87 \frac{850}{\sqrt{45}} = 235 \text{ décimètres carrés,}$$

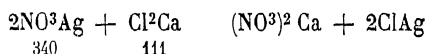
soit un diamètre de $1^m,75$ que nous porterons à $1^m,80$.

CINQUIÈME PARTIE

LABORATOIRE

CONTROLES DE FABRICATION

Lavage du tartrate de calcium. — Le tartrate n'est considéré comme suffisamment lavé que lorsqu'un titrage par une liqueur de nitrate d'argent n'accuse pas plus de 0,15 0/0 de $Ca.Cl^2$:

$$\underset{340}{2NO^3Ag} + \underset{111}{Cl^2Ca} \quad (NO^3)^2Ca + 2ClAg$$

Si on prend une liqueur décime normale contenant 17 grammes de AzO^3Ag par litre, chaque centimètre cube de liqueur correspondra à $0^{gr},00555$ $CaCl^2$. Pour obtenir une liqueur dont 1 centimètre cube correspond exactement à $0^{gr},005$ $CaCl^2$, nous devrons mettre dans 1 litre d'eau une quantité de nitrate d'argent égale à :

$$1.000 \times 0,005 \times \frac{340}{111} : \quad 15^{gr},315.$$

En opérant sur 10 grammes d'échantillons, on ne devra pas employer plus de 3 centimètres cubes pour correspondre à 0,15 0/0 de Cl^2Ca.

Lavage du sulfate de calcium. — Le sulfate est considéré comme épuisé quand il ne contient pas plus de 0,15 0/0 d'acide tartrique.

On se sert d'une liqueur $\frac{1}{5}$ normale de potasse contenant par conséquent $\frac{56,1}{}$ $11^{gr},22$ de potasse par litre.

On fait l'essai sur 10 grammes d'échantillon, on ne devra pas employer plus de :

$$\frac{11,22 \times 0,15 \times 10}{2 \times 75} = 1 \text{ centimètre cube de liqueur.}$$

Réglage de la décomposition. — Théoriquement la quantité d'acide sulfurique devrait être égale, équivalent à équivalent, à l'acide tartrique;

mais, pour être sûr d'une décomposition complète et aussi pour faciliter la granulation de l'acide tartrique, on doit avoir dans le produit de la décomposition une certaine quantité d'acide sulfurique en excès que l'on a fixée, pour une marche normale, à 2,5 à 3,5 0/0 de l'acidité totale calculée en acide tartrique :

$$\frac{100 \times As}{At} > 2,5 < 3,5.$$

On prépare deux liqueurs ; une de soude pour titrer l'acide total, l'autre de chlorure de baryum pour l'acide sulfurique. La liqueur de soude est telle que 1 centimètre cube correspond à 0,2 de bitartrate de potasse pur ; comme l'acide tartrique est diatomique, chaque centimètre cube de liqueur correspond à :

$$\frac{0,2 \times 150}{188 \times 2} = 0,0797 \text{ d'acide tartrique.}$$

188 = poids moléculaire du bitartrate de potassium :
150 = — — de l'acide tartrique.

On prend 75 centimètres cubes de la bouillie de décomposition, que l'on porte à 100 centimètres cubes avec de l'eau distillée ; on agite et on filtre.

Peu importe la dilution du liquide à essayer, puisque les deux valeurs sont relationnées entre elles et qu'on opère sur le même liquide dans les deux essais.

On prélève 10 centimètres cubes de liqueur filtrée, on met dans la capsule et titre à l'ébullition par la liqueur sodique jusqu'à neutralité, sans tenir compte de la quantité de soude qui est absorbée par l'acide sulfurique en excès.

Soit X le nombre de centimètres cubes employés ; l'acidité totale rapportée en acide tartrique sera :

$X \times 0,0797$ pour 10 centimètres cubes et $X \times 0,0797 \times 10$ pour 100 centimètres cubes.

On note ces chiffres.

On prélève de nouveau 25 centimètres cubes de liqueur filtrée que l'on met dans un verre de Bohême, on porte à ébullition et on ajoute la liqueur de $BaCl^2$ goutte à goutte jusqu'à ce qu'une petite prise d'échantillon filtré additionné de $\frac{1}{2}$ centimètre cube de liqueur ne donne plus de précipité.

Soit Y le nombre de centimètres cubes employés ; $Y \times 0,005$ indiquera l'acide sulfurique contenu dans 25 centimètres cubes et $Y \times 0,005 \times \frac{100}{25}$ l'acide sulfurique contenu dans 100 centimètres cubes d'échantillon.

Donc :

$$\frac{100 \times \left(Y \times 0,005 \times \frac{100}{25}\right)}{(X \times 0,0797 \times 10)}$$

doit être compris entre 2,5 et 3,5.

Supposons que dans le dosage de l'acidité totale on ait employé $X = 30^{cm^3},1$ de liqueur de soude pour 10 centimètres cubes de liquide, ce qui correspondrait à :

$$30,1 \times 0,797 \times 10 = 24 \text{ 0/0 d'acide tartrique pour 100 de liquide.}$$

Supposons aussi que, pour précipiter tout l'acide sulfurique des 25 centimètres cubes, on ait employé $Y = 40^{cm^3},5$ de Cl^2Ba, ce qui correspondrait à :

$$40,5 \times 0,005 \times \frac{100}{25} = 0,81 \text{ d'acide sulfurique pour 100 de liquide,}$$

et nous aurons :

pour 24 d'acide tartrique = 0,81 d'acide sulfurique ;
pour 100 d'acide tartrique = X,

soit :

$$\frac{100 \times 0,81}{24} = 3,3,$$

chiffre compris entre 2,5 et 3,5.

On pourrait simplifier ces calculs en ne retenant que les nombres de centimètres cubes employés dans les deux essais :

$$\frac{100 \times \left(Y \times 0,005 \times \frac{100}{25}\right)}{X \times 0,797 \times 10} = \frac{Y\ (100 \times 0,005 \times 4)}{X\ (0,0797 \times 10)} = 2,5\ \frac{Y}{X}.$$

Puisque 2,5 Y doit être compris entre 2,5 et 3,5, nous pouvons établir les coefficients ci-dessous :

Pour un excès de 2,5 de SO^4H^2, le rapport $\frac{Y}{X}$ correspondra à $\frac{2,5}{2,5}$ 1,0

Pour un excès de 3 SO^4H^2, le rapport $\frac{Y}{X}$ correspondra à $\frac{3}{2,5}$ 1,2

Pour un excès de 3,5 SO^4H^2, le rapport $\frac{Y}{X}$ correspondra à $\frac{3,5}{2,5}$ 1,4

En reprenant l'exemple ci-dessus, dans lequel nous avons employé $X = 30^{cm^3},1$ de liqueur de soude et $Y = 40^{cm^3},5$ de Cl^2Ba, nous dirons simplement :

$$\frac{Y}{X} = \frac{40,5}{30,1}\ 3, = 1,$$

ce qui indiquera un excès compris entre 3 et 3,5 0/0.

Pour toutes les matières en cours de fabrication dans lesquelles on doit rechercher l'acidité tartrique totale, on se sert habituellement du Goldenberg ancien que l'on appelle aussi méthode alcaline. Cette méthode est bien plus rapide que le Goldenberg et Géromont à l'acide chlorhydrique et elle est suffisamment exacte pour répondre à tous les besoins de l'industrie (voir p. 140).

Analyse du tartrate de calcium. — On met 4g,5 de tartrate de calcium dans un ballon jaugé de 300 centimètres cubes, puis 7 grammes de carbonate de potassium pur et sec et 50 centimètres cubes d'eau. On agite et porte à l'ébullition que l'on maintient trois à quinze minutes. Tout l'acide tartrique s'est transformé en tartrate neutre de potassium. On laisse refroidir, on complète avec de l'eau jusqu'au trait de jauge, on agite fortement et on filtre sur papier sec dans un ballon sec. On prélève 50 centimètres cubes du liquide filtré, soit 0,75 de l'échantillon, que l'on met dans une capsule en porcelaine, et on concentre au bain-marie jusqu'à consistance sirupeuse, soit de 3 à 5 centimètres cubes.

On laisse refroidir, puis on ajoute 2 centimètres cubes d'acide acétique cristallisable, on agite fortement; le tartrate neutre se transforme en bitartrate de potasse.

L'acide acétique doit être en excès pour qu'il puisse transformer en même temps l'excès du carbonate de potasse en acétate.

Après repos de quinze à vingt minutes, on ajoute dans la capsule 70 à 80 centimètres cubes d'alcool à 95° au moins. On agite et on laisse en repos vingt-cinq à trente minutes, pour bien laisser déposer le bitartrate. Tout le contenu de la capsule est alors jeté sur un filtre sans pli. On lave la capsule à l'alcool et on verse aussi sur le filtre, puis on lave le précipité à l'alcool sur le filtre même jusqu'à ce que le liquide de lavage ne donne plus de réaction acide sur un indice de papier tournesol. On laisse bien égoutter, on remet le filtre et le précipité dans la capsule avec 60 à 80 centimètres cubes d'eau et on dose à l'ébullition avec une liqueur titrée de soude. Si on emploie comme liqueur celle qui sert à titrer la crème de tartre et dont 100 centimètres cubes saturent 3 grammes de crème, le nombre de centimètres cubes de liqueur employée multiplié par 4 donnera l'acidité totale exprimée en bitartrate de potasse. En multipliant ce résultat par 0,8, on aura l'acidité totale exprimée en acide tartrique. Si on désirait l'avoir en tartrate de chaux, on multiplierait ce résultat par 1,38.

Dans tous les cas, il sera préférable d'avoir sous les yeux une table de conversion qui permettra sans calcul de trouver toutes les valeurs relatives de l'acidité tartrique sous la forme désirée (voir p 55).

Tourteaux de lies épuisées. — On pèse 18 grammes de matières que l'on met dans un ballon de 300 centimètres cubes avec 5 grammes de carbonate de potasse. On agite, porte à l'ébullition, remplit le ballon jusqu'au trait de jauge, prélève 50 centimètres cubes du liquide filtré et continue l'opération comme ci-dessus. Le nombre de centimètres cubes employés donnera directement le pour cent d'acidité totale exprimée en bitartrate de potasse.

Sulfate de calcium épuisé. — On opère sur 18 grammes de matières et procède exactement comme pour les tourteaux de lies épuisées.

Eaux de saturation. — On prend 90 centimètres cubes de liquide siphonné après la saturation, que l'on met dans un ballon jaugé de 300 centimètres cubes avec 5 grammes de carbonate de potasse. On chauffe, porte à l'ébullition et complète le volume avec de l'eau distillée. On prélève 50 centimètres cubes de liquide filtré que l'on évapore et on continue le Goldenberg comme déjà dit. Le nombre de centimètres cubes multiplié par 2 donnera l'acidité en bitartrate par litre.

Eaux-mères de l'acide tartrique. — Mêler 90 centimètres cubes d'eau mère et 910 centimètres cubes d'eau. Prendre 100 centimètres cubes de ce mélange, mettre dans un ballon de 300 centimètres cubes avec 10 grammes de carbonate de potasse. On continue comme ci-dessus On multipliera par 100 pour avoir le résultat en grammes par litre.

Pour tous les autres liquides, on procède d'une façon analogue.

La liqueur de titrage dont $100^{cm^3} = 3$ grammes de crème de tartre correspond en acide tartrique à :

$$1^{cm^3} = \frac{0,03 \times 150}{2 \times 188} = 0,012 \text{ d'acide tartrique.}$$

Acide sulfurique libre dans les eaux mères. — Vingt centimètres cubes d'eaux-mères sont mélangés à 200 centimètres cubes d'alcool à 96°. On laisse reposer pendant la nuit et on filtre. On prélève 100 centimètres cubes du liquide filtré que l'on chauffe pour en chasser l'alcool et qu'on traite ensuite par le chlorure de baryum. Le précipité pesé indiquera l'acide sulfurique en sulfate de baryte.

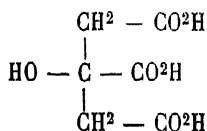
LIVRE III

ACIDE CITRIQUE

PREMIÈRE PARTIE

PROPRIÉTÉS DE L'ACIDE CITRIQUE

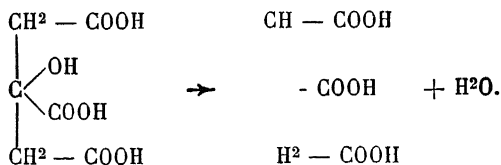
Caractères chimiques. — L'acide citrique est un triacide.
Sa formule de constitution est la suivante :

$$
\begin{array}{ccl}
 & CH^2 & - \; CO^2H \\
 & | & \\
HO \; - & C & - \; CO^2H \\
 & | & \\
 & CH^2 & - \; CO^2H
\end{array}
$$

Trois de ses molécules d'hydrogène sont remplaçables partiellement ou en totalité par des métaux pour former des citrates mono, bi, tri-métalliques :

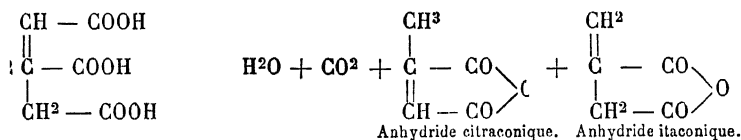
Acide citrique cristallisé, $C^6H^8O^7$, H^2O, poids moléculaire 210
Citrate, $C^6H^7O^7\,(M)^1$
— $C^6H^6O^7\,(M)^2$
— $C^6H^5O^7\,(M)^3$

Il a été distingué de l'acide du tartre par Retzius en 1776, mais n'a été obtenu cristallisé qu'en 1784, par Scheele, puis étudié en 1857 par Liebig qui en reconnut la tribasicité. L'acite citrique se rencontre à l'état libre ou combiné dans les citrons non entièrement mûrs, dans les baies de myrtilles, de groseilles, dans le sucre du tabac, de la laitue, dans les tubercules de l'*Helianthus tuberosus*, du *Dahlia pinnata*, etc. L'acide citrique cristallise en prismes droits, à base rhombe, de densité 1,647, contenant 1 molécule d'eau qu'il perd à 100°. Entre 100° et 135°, il fond dans son eau de cristallisation. Vers 170° et 175°, il se change en

acide aconitique par perte d'une molécule d'eau :

$$\begin{array}{l} CH^2 - COOH \\ | \\ C \begin{array}{l} \diagup OH \\ \diagdown COOH \end{array} \\ | \\ CH^2 - COOH \end{array} \quad \rightarrow \quad \begin{array}{l} CH - COOH \\ \\ \text{- } COOH \\ \\ H^2 - COOH \end{array} \quad + H^2O.$$

Chauffé au delà de 175°, l'acide aconitique se décompose, perd de l'anhydride carbonique en donnant de l'anhydride citraconique et de l'anhydride itaconique :

$$\begin{array}{l} CH - COOH \\ \| \\ C - COOH \\ | \\ CH^2 - COOH \end{array} \quad H^2O + CO^2 + \begin{array}{l} CH^3 \\ | \\ C - CO \diagdown \\ \| \qquad\quad \rangle O \\ CH - CO \diagup \end{array} + \begin{array}{l} CH^2 \\ \| \\ C - CO \diagdown \\ | \qquad\quad \rangle O \\ CH^2 - CO \diagup \end{array}$$

Anhydride citraconique. Anhydride itaconique.

L'acide citrique est très soluble dans l'eau et dans l'alcool mais insoluble dans l'éther, le chloroforme, le sulfure de carbone.

L'acide sulfurique dissout l'acide citrique sans se colorer ; mais à chaud il se colore en jaune paille, en dégageant de l'oxyde de carbone, de l'anhydride carbonique, tandis que l'acide tartrique traité de la même manière se colore en brun. L'acide nitrique oxyde à chaud l'acide citrique en acide oxalique et en acide acétique ; les autres oxydants le décomposent en acides acétique, formique, en eau, anhydride carbonique et acétone.

L'acide citrique est décomposé, sous l'influence d'un excès de potasse, en acide acétique et en acide oxalique. La dissolution aqueuse dissout le fer et le zinc, avec dégagement d'hydrogène.

L'acide citrique n'est pas précipité par le chlorure de calcium. L'eau de chaux précipite à chaud. Il se forme du citrate de chaux qui se redissout par le refroidissement.

L'acétate de plomb précipite l'acide citrique, de ses solutions aqueuses sous la forme d'un précipité blanc, de citrate plombique. soluble dans l'acide nitrique, l'ammoniaque, les citrates alcalins. Le nitrate d'argent ne le précipite qu'en solution ammoniacale ; mais ce citrate d'argent et d'ammonium se dissout facilement dans un excès d'ammoniaque.

Une solution d'acide citrique abandonnée pendant un certain temps à l'air se couvre de moisissures et donne de l'acide acétique.

On peut distinguer facilement l'acide citrique du tartrique. L'acide citrique ne précipite pas la potasse, et sa solution, saturée par de l'eau de chaux, donne un liquide limpide à froid. Ce liquide se trouble à l'ébul-

lition parce que le citrate de calcium est moins soluble à chaud qu'à la température ordinaire.

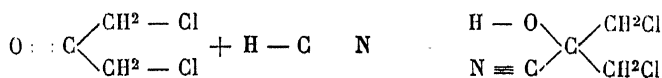
Une solution aqueuse d'acide citrique, additionnée d'hydrogène sulfuré, ne doit pas se précipiter, ni se colorer en noir, après avoir été neutralisée, cas contraire *plomb ;* elle ne doit pas se précipiter par addition d'oxalate d'ammoniaque, cas contraire, *sels de calcium;* ni par le nitrate de baryum ; cas contraire, *acide sulfurique* ou *sulfates.* Une solution alcoolique d'acide citrique ne doit pas être précipitée, par addition d'une solution de bitartrate de potassium, cas contraire *acide tartrique;* cet acide peut aussi se reconnaître à l'aide d'une solution de molybdate d'ammonium qui, versée dans une solution d'acide citrique puis additionnée d'eau oxygénée, se colore en bleu à chaud ; la solution d'acide citrique pur reste limpide et jaunâtre. Une solution aqueuse d'acide additionnée d'ammoniaque, puis de chlorure de calcium ne doit pas être précipitée, cas contraire *acide oxalique.*

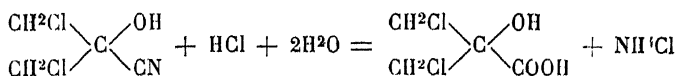
Les citrates alcalins sont généralement très solubles dans l'eau. Calcinés, ils ne répandent pas l'odeur de sucre brûlé qui caractérise les tartrates.

La dissolution d'un citrate se trouble quand, après avoir ajouté de l'eau de chaux, on porte le mélange à l'ébullition ; ce trouble disparaît par le refroidissement de la liqueur. Les citrates commencent à se détruire à 230° en se colorant.

Le citrate de chaux s'obtient généralement par la réaction du chlorure de calcium sur un citrate alcalin ; ce citrate, soluble dans l'eau froide, précipite entièrement par l'ébullition. Il est soluble dans l'acide acétique et les acides minéraux.

Préparations. — L'acide citrique a été préparé synthétiquement en partant de la dichloracétone que l'on chauffe avec l'acide cyanhydrique en solution concentrée afin d'obtenir le nitrile alcool correspondant :

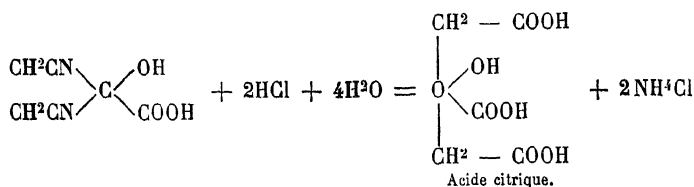
$$O = C\begin{cases} CH^2 - Cl \\ CH^2 - Cl \end{cases} + H - C \equiv N \quad = \quad \begin{matrix} H - O \\ N \equiv C \end{matrix} \Big> C \Big< \begin{matrix} CH^2Cl \\ CH^2Cl \end{matrix}$$

Le corps obtenu chauffé avec de l'acide chlorhydrique donne l'acide dichlorooxybutyrique :

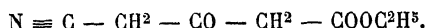
$$\begin{matrix} CH^2Cl \\ CH^2Cl \end{matrix} \Big> C \Big< \begin{matrix} OH \\ CN \end{matrix} + HCl + 2H^2O = \begin{matrix} CH^2Cl \\ CH^2Cl \end{matrix} \Big> C \Big< \begin{matrix} OH \\ COOH \end{matrix} + NH^4Cl$$

Si l'on traite cet acide par le cyanure de potassium, on obtient :

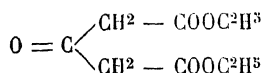
$$\begin{matrix} CH^2Cl \\ CH^2Cl \end{matrix} \Big> C \Big< \begin{matrix} OH \\ COOH \end{matrix} + 2KCN \quad \begin{matrix} CH^2CN \\ CH^2CN \end{matrix} \Big> C \Big< \begin{matrix} OH \\ COOH \end{matrix}$$

qui, par hydrolyse avec l'acide chlorhydrique, donne :

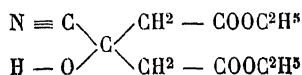
$$\begin{matrix} CH^2CN \\ CH^2CN \end{matrix}\!\!>\!C\!<\!\!\begin{matrix} OH \\ COOH \end{matrix} + 2HCl + 4H^2O = \begin{matrix} CH^2 - COOH \\ | \\ C\!<\!\!\begin{matrix} OH \\ COOH \end{matrix} \\ | \\ CH^2 - COOH \end{matrix} + 2NH^4Cl$$

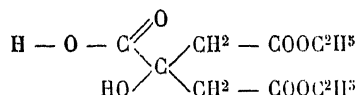
Acide citrique.

MM. Haller et Held sont partis du chloracétylacétate d'éthyle, qu'ils ont transformé par le cyanure de potassium en cyanacétylacétate d'éthyle :

$$N \equiv C - CH^2 - CO - CH^2 - COOC^2H^5.$$

Cet éther cyané a été transformé en éther acétone-dicarbonique :

$$O = C\!<\!\!\begin{matrix} CH^2 - COOC^2H^5 \\ CH^2 - COOC^2H^5 \end{matrix}$$

par l'alcool éthylique et l'acide chlorhydrique gazeux.

Ce corps fixe l'acide cyanhydrique en donnant :

$$\begin{matrix} N \equiv C \\ H - O \end{matrix}\!\!>\!C\!<\!\!\begin{matrix} CH^2 - COOC^2H^5 \\ CH^2 - COOC^2H^5 \end{matrix}$$

Ce corps par hydrolyse donne :

$$\begin{matrix} H - O - C\!\!\begin{matrix} \nearrow O \\ \end{matrix} \\ HO \end{matrix}\!\!>\!C\!<\!\!\begin{matrix} CH^2 - COOC^2H^5 \\ CH^2 - COOC^2H^5 \end{matrix}$$

qui, par saponification avec la potasse, donne l'acide citrique (1).

On le prépare, généralement, à l'aide des citrons non parvenus à leur entière maturité.

Certains microorganismes (citromycès), parmi lesquels le *Penicillium luteum* des glands moisis et le *Mucor pyriforméis* des poires pourries, transforment partiellement le glucose en acide citrique (2). Cette réaction a été utilisée dans la fabrication industrielle de l'acide citrique.

De même le *Cytromycès Pfefferianus* et le *C. glater* transforment le saccharose en acide citrique. Le rendement est assez élevé, surtout en présence de chlorures (3).

(1) Haller et Held, *C. R.*, **108**, 516 et **111**, 682.
(2) Wehmer, *C. R.*, **117**, 332 ; B. **26**, 696, R, et **27**, 78 R.
(3) *Loc. cit.*, *Bull*, 9, 738.

Solubilité. — Solubilité à 15° des solutions d'acide citrique dans l'eau :

DEGRÉ B.	ACIDE 0/0	DEGRÉ B.	ACIDE 0/0	DEGRÉ B.	ACIDE 0/0
1	2	14	26	26	50
2	4	15	28	27	52
3	6	16	30	28	54
4	8	17	32	29	56
5	10	18	34	30	58
6	12	19	36	31	60
7	14	20	38	32	62
8,5	16	21	40	33	64
9,5	18	22	42	34	66
10,5	20	23	44		
12	22	24	46		Saturé
13	24	25	48		

Usages. — L'acide citrique est très employé dans la teinturerie pour aviver les couleurs rouges du carthame ainsi que comme rongeant dans la teinture des indiennes. On l'emploie en œnologie pour corriger l'acidité des moûts ou des vins. On s'en sert enfin pour la préparation du sirop citrique et en médecine pour les limonades pharmaceutiques.

Falsifications, impuretés. — L'acide citrique est fréquemment falsifié par un mélange d'acide tartrique. On reconnaît cette falsification en se servant d'une solution préparée avec 4 grammes de potasse que l'on dissout dans 30 centimètres cubes d'alcool à 90° étendu avec 60 centimètres cubes d'eau distillée. On laisse tomber dans cette solution quelques menus fragments du mélange suspect. Les cristaux d'acide citrique disparaissent au bout de deux ou trois heures, tandis qu'une faible proportion seulement d'acide tartrique se dissout dans ces conditions. Déjà, après un contact de quelques minutes avec la solution alcaline, les cristaux d'acide citrique se distinguent de ceux d'acide tartrique en ce qu'ils n'ont pas perdu leur transparence, tandis que les tartriques apparaissent blanchâtres, entourés de petits cristaux de crème de tartre.

L'acide citrique commercial renferme souvent de l'acide sulfurique et des sels de plomb et de cuivre. La présence de l'acide sulfurique est décelée par l'humidité qu'il absorbe. On peut aussi la rendre apparente par le chlorure de baryum. On recherche les sels de plomb par l'hydrogène sulfuré, l'iodure de potassium ou le chromate de potasse; ceux de cuivre, par le cyanure jaune de potasse, qui donne une coloration grenat, ou les sels d'ammonium, qui donnent une coloration bleu céleste.

DEUXIÈME PARTIE

MATIÈRES PREMIÈRES

CHAPITRE PREMIER

ORIGINE

L'acide citrique est extrait du jus de citron. La matière première industrielle est livrée au fabricant sous forme de jus concentré ou de citrate de chaux que l'on prépare sur les lieux mêmes de production.

La préparation des matières premières se fait exclusivement en Sicile et dans la province de Reggio Calabre où elle constitue une des principales ressources de ces pays. En Sicile, la grande culture se pratique principalement dans les provinces de Messine et Palerme; puis, par ordre d'importance, viennent Catane, et enfin Syracuse.

La superficie totale de terrains plantés en limons (non compris les oranges, cédrats, etc.) s'élève dans ces provinces à 20.000 hectares contenant 8 millions de plants, qui produisent 3 milliards de fruits, dont 1 milliard est exporté comme comestible ou consommé sur place et 2 milliards sont transformés en matières premières pour la fabrication de l'acide citrique. De ces 2 milliards de fruits, on retire environ 100 millions de litres de jus cru qui correspondent à 5 millions de kilogrammes d'acide citrique. Cette production annuelle de matière première se répartit ainsi :

La province de Reggio Calabre entre pour	....	20 0/0
— Messine —	....	25 0/0
— Palerme —	....	40 0/0
— Catane, Syracuse, etc., entrent pour	....	15 0/0

CHAPITRE II

PRÉPARATION DES MATIÈRES PREMIÈRES

Jus de citron. — Au moment de la récolte des citrons, on fait un choix des fruits les plus beaux et les plus sains que l'on réserve pour l'exportation ; le reste, appelé *scarto*, est vendu à de petits établissements, qui en retirent le jus et l'essence.

On coupe d'abord les fruits en deux, puis, à l'aide d'un couteau spécial à lame recourbée, on sépare l'écorce qui renferme l'essence de la partie charnue et juteuse qui contient l'acide citrique.

L'écorce, pressée à la main, laisse apparaître à la surface de petits suintements que l'on essuie avec des éponges ; celles-ci, par expression, rendent ensuite toute l'essence qu'elles avaient emmagasinée.

La pulpe est déchiquetée, puis mise dans des couffes de sparterie ou de tissu de coco que l'on place dans un pressoir pour en extraire tout le jus.

Ce jus, qui est troublé par les mucilages en suspension, est abandonné à une brève fermentation qui fait précipiter une partie des matières albuminoïdes. On décante alors le liquide clair et on filtre le résidu.

On a obtenu ainsi le *jus cru*, ou *agro crudo*, qui contient moyennement 50 grammes d'acide citrique par litre. Quelquefois (rarement), il est livré tel quel à l'industrie ; mais sa teneur relativement faible en acide en rend le transport très coûteux, et on préfère généralement le concentrer ou le saturer, pour en retirer l'acide à l'état de citrate de chaux.

La concentration du jus de citron se fait dans de grandes bassines en cuivre chauffées à feu nu et à air libre.

On porte le jus à une densité de 1,25, soit 28° B. ou 60° citrométriques, et on le coule bouillant sur une toile filtrante qui retient les grosses impuretés.

Huit volumes de jus cru (*agro crudo*) donnent un volume de jus concentré (*agro cotto*).

Le jus concentré est d'aspect noir et sirupeux; il contient de 400 à 420 grammes par litre d'acide cristallisé à une molécule d'eau ($C^6H^8O^7 + H^2O$) (poids moléculaire 210). On l'expédie en fûts de transport d'une contenance de 550 à 600 litres pesant 700 à 750 kilogrammes.

Cent vingt kilogrammes de citrons, représentant environ 1.040 fruits, donnent 45 à 50 litres de jus cru ou 6 litres de jus concentré et 425 à 450 grammes d'essence.

On tend de plus en plus à abandonner la préparation du jus concentré, auquel les fabricants préfèrent généralement le citrate dont l'emballage et le transport sont moins coûteux et plus faciles.

Citrate de calcium. — Le citrate de calcium s'obtient par la saturation à chaud du jus cru, au moyen d'un sel calcique.

Cette saturation se fait dans une cuve de bois munie d'un agitateur central et d'un barboteur de vapeur. On emploie le carbonate de chaux pulvérulent (craie anglaise, blanc de Meudon) que l'on reçoit de l'étranger, la Sicile étant dépourvue de ces produits suffisamment purs.

Quelques producteurs emploient la chaux pour la saturation. Mais le citrate ainsi obtenu contient beaucoup d'impuretés (alumine, phosphates, etc.), lesquelles, en se précipitant dans la liqueur alcaline, restent mélangées au citrate et rendent son séchage et sa conservation très difficiles.

La saturation se fait à l'ébullition. Le citrate est lavé à l'eau bouillante, puis égoutté et mis à sécher dans une étuve. On l'expédie en fûts d'emballage de 500 kilogrammes environ.

La saturation de 100 litres de jus naturel ou cru donne moyennement 8 kilogrammes de citrate de chaux à 64 0/0 d'acide citrique.

Jus de limon. — **A côté du citron,** comme matière première, on a utilisé, dans ces dernières années, le limon, cultivé dans les Indes orientales et dans d'autres parties des tropiques.

La Sicile a une tendance à régler le prix du marché de l'acide citrique. Par suite de l'extension du champ des limons, le marché de ceux-ci est susceptible d'influencer l'opinion du marché des citrons.

Comme pour les citrons, la matière première industrielle est le jus brut et concentré de limon et le citrate de calcium.

La plus grande portion de la récolte est recueillie sous forme de jus concentré. Un baril de limon donne 7 galons 1/2 de jus. Il y a généralement une perte assez élevée provenant de l'imperfection du moulin

(1) W. R. Dunlop (*Bull. of the Imperial Institute*, 1915, XIII, n° 1, 66), *Mercure Scientifique*, mai 1915, p. 38.

qui peut atteindre 2 gallons par baril. Le jus frais contient 12,5 à 14 onces d'acide citrique par gallon.

Pour réduire les charges, le jus de limon est généralement concentré de manière à contenir 100 onces d'acide citrique au gallon, mais le degré varie avec les prix du marché. Pendant la concentration il y a une perte initiale d'acide citrique due à des coups de feu. Quand on opère à l'air libre, cette perte peut atteindre 10 0/0. Avec des appareils à concentrer dans le vide, on la réduit à 2 0/0.

Dans certaines circonstances, il est préférable de transformer le jus de limon en citrate de calcium.

On fait couler dans une cuve le jus brut qu'on chauffe jusqu'à l'ébullition et qu'on neutralise avec de la chaux éteinte.

Sur une petite échelle, la fabrication de ce produit n'est pas avantageuse par suite des dispositifs à adopter par le lavage et la dessiccation.

On admet généralement que 76 barils de fruits donnent 6 quintaux de citrate.

D'après les résultats d'analyse, le limon est plus riche que le citron en jus et acide citrique.

Voici les résultats obtenus par les limons et les citrons de différentes sources [1] :

	Nombre de fruits par 500 grammes.	Jus.	Acide citrique dans le jus.
Limons................	9,50	56,8 0/0	7,05 0/0
—	15,00	47,0 —	7,74 —
Citrons................	6,00	28,8 —	7,56 —
—	3,75	41,6 —	6,77 —
—	7,50	40,8 —	7,40 —

Soit en moyenne :

Limons...........	51,9 0/0 de jus et	7,40 0/0 acide citrique
Citrons...........	37,1 —	7,24 —

[1] W. R. Dunlop, *loc. cit.*

CHAPITRE III

ANALYSES DES MATIÈRES BRUTES

Jus de citron. — Le jus de citron renfermant, en plus de l'acide citrique, des acides malique, aconitique, etc., ne peut être titré au moyen d'un simple dosage acidimétrique, puisque tous les acides étrangers seraient exprimés en acide citrique, ce qui fausserait le résultat.

On a donc cherché un procédé propre à éliminer ces acides étrangers dans l'analyse, et comme, de tous les acides qui l'accompagnent, l'acide citrique seul forme un sel de chaux insoluble (du moins à l'ébullition), on a basé sur cette propriété la méthode d'analyse exclusivement employée dans le commerce des matières premières, qui est connue sous le nom de méthode Warhington.

L'échantillonnage du jus de citron se fait au moyen d'un tube de verre que l'on plonge dans les fûts, après que ceux-ci auront été roulés pendant plusieurs minutes pour avoir une moyenne de toutes les couches du liquide. On prélève une quantité de jus égale pour chaque fût, et c'est sur l'ensemble bien mélangé que se fait l'analyse.

On détermine d'abord la densité au moyen d'un densimètre en faisant une correction de $\pm 0,2$ pour $\pm 5°$ de température s'écartant de 15° C. On détermine ensuite la teneur en acide citrique cristallisant avec une molécule d'eau $C^6H^8O^7 + H^2O$, dont le poids moléculaire est 210.

Pour ce dosage, on se sert de trois liqueurs :

a) Liqueur de potasse caustique $\frac{1}{5}$ normale;

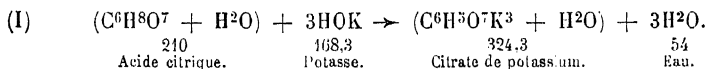
b) Liqueur d'acide sulfurique $\frac{1}{5}$ normale;

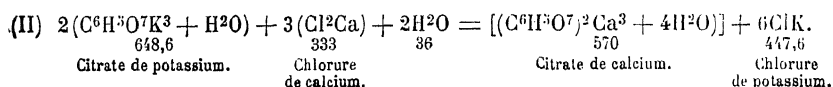
c) Liqueur de chlorure de calcium à 27° B.

Cinquante centimètres cubes de l'échantillon de jus de citron concentré sont mesurés exactement dans un ballon jaugé, puis versés dans une fiole jaugée de 1.000 centimètres cubes; on ajoute le lavage du ballon,

on complète le volume avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge, on agite et on prélève 25 centimètres cubes du liquide représentant $\frac{25 \times 50}{1\,000} = 1^{cm3},25$ de jus concentré.

Ces 25 centimètres cubes de liquide étendu sont neutralisés exactement par la liqueur de potasse *a*. Il se forme du citrate de potassium :

$$\text{(I)} \quad \underset{\substack{210 \\ \text{Acide citrique.}}}{(C^6H^8O^7 + H^2O)} + \underset{\substack{168,3 \\ \text{Potasse.}}}{3HOK} \rightarrow \underset{\substack{324,3 \\ \text{Citrate de potassium.}}}{(C^6H^5O^7K^3 + H^2O)} + \underset{\substack{54 \\ \text{Eau.}}}{3H^2O.}$$

On porte à l'ébullition dans une capsule neuve ou ayant peu servi, et on ajoute du chlorure de calcium en léger excès, soit $1^{cm3},5$ à 2 centimètres cubes de liqueur à 27° B. Il se forme du citrate de calcium :

$$\text{(II)} \quad \underset{\substack{648,6 \\ \text{Citrate de potassium.}}}{2(C^6H^5O^7K^3 + H^2O)} + \underset{\substack{333 \\ \text{Chlorure} \\ \text{de calcium.}}}{3(Cl^2Ca)} + \underset{36}{2H^2O} = \underset{\substack{570 \\ \text{Citrate de calcium.}}}{[(C^6H^5O^7)^2Ca^3 + 4H^2O)]} + \underset{\substack{447,6 \\ \text{Chlorure} \\ \text{de potassium.}}}{6ClK.}$$

Le citrate de chaux se précipite à l'ébullition. On maintient une faible ébullition pendant une demi-heure en ayant la précaution de recouvrir la capsule d'une plaque de verre. Il ne reste alors qu'un volume restreint de liquide (10 centimètres cubes environ) que l'on filtre bouillant sur filtre sans pli. Le précipité de citrate est lavé à l'eau bouillante pour enlever KCl et l'excès de $CaCl^2$. Le lavage est terminé quand le liquide passe bien clair. (Cinq à six lavages sont généralement suffisants et donnent 100 à 125 centimètres cubes de liquide.)

On porte à l'étuve le filtre contenant le précipité. Les eaux de lavage, qui ont pu entraîner un peu de citrate, sont réunies à la liqueur filtrée ; on concentre au bain-marie jusqu'à 10 ou 15 centimètres cubes, on ajoute une goutte d'ammoniaque diluée pour neutraliser le liquide s'il était devenu acide, on filtre sur entonnoir Joulie et lave le précipité à cinq ou six reprises avec de l'eau bouillante comme précédemment.

Ce deuxième filtre est séché et réuni au premier. On les met ensemble dans une capsule de platine, on allume le papier, puis on calcine au four à moufle ou à une flamme puissante jusqu'à ce que les cendres soient bien blanches.

Par calcination, le citrate de calcium s'est transformé en carbonate de calcium puis en chaux vive.

On met les cendres dans la même capsule qui a servi à faire les évaporations, on ajoute une goutte d'eau distillée, on broie au pilon et écrase convenablement le précipité dans la capsule même, puis on ajoute un excès de liqueur *b* d'acide sulfurique (environ 50 centimètres cubes), on porte à ébullition pour dissoudre tout le carbonate de calcium, on ajoute

du tournesol et on ramène au bleu au moyen de la liqueur *a* de potasse qui neutralise exactement volume à volume celle *b* d'acide sulfurique. Par différence on obtient le nombre exact de centimètres cubes de liqueur $\frac{1}{5}$ normale d'acide sulfurique employée pour saturer l'alcalinité des cendres.

Calcul du résultat. — Soit

M = nombre de centimètres cubes de liqueur d'acide sulfurique mis dans la capsule pour attaquer les cendres;
m = nombre de centimètres cubes de liqueur de potasse pour ramener au bleu;
N = nombre de centimètres cubes de liqueur d'acide réellement employée pour saturer l'alcalinité des cendres;
n = la quantité de SO^4H^2 contenue dans 1 centimètre cube de la liqueur sulfurique;
X′ = acide citrique obtenu dans l'analyse des $1^{cm3},25$ d'échantillon;
X = acide citrique par litre.

Nous aurons:

$$N = M - m;$$

$$X' = \frac{2 \times 210 \times (Nn)}{3 \times 98} = \frac{420}{294}\,Nn = (1{,}4285\ Nn) \text{ pour } 1^{cm3},25 \text{ de jus};$$

$$X = \frac{Nn\ (420 \times 1\,000)}{294\ 1{,}25} = 1142{,}8\ Nn,$$

et puisque la liqueur d'acide sulfurique est $\frac{1}{5}$ normale ou

$$1^{cm3} = 0{,}0098\ SO^4H^2,$$

nous obtiendrons directement la teneur du jus en acide citrique par litre en faisant :

$$X = 1\,142{,}8 \times 0{,}0098 \times N = 11{,}2\ N.$$

Supposons avoir mis 50 centimètres cubes d'acide sulfurique $\frac{1}{5}$ normal pour attaquer les cendres, et avoir employé ensuite 10 centimètres cubes de liqueur de potasse $\frac{1}{5}$ normale pour ramener le tournesol au bleu; l'acide sulfurique réellement employé pour saturer l'alcalinité des cendres sera :

$$N = M - m = 50 - 10 = 40 \text{ centimètres cubes}$$

et

$$X = 11{,}2\ N = 11{,}2 \times 40 = 448 \text{ grammes d'acide citrique par litre.}$$

Il est indispensable d'opérer avec le plus grand soin dans cette analyse et de ne pas perdre de vue un seul instant la concentration des liquides. Le lavage doit être fait rapidement et à l'eau bouillante ; enfin le titrage sera fait à chaud et lentement en employant le tournesol comme indicateur et en laissant bouillir après chaque adjonction de liqueur pour être sûr que l'acide carbonique ne trompe pas ce titrage.

Liqueurs. — La liqueur *a* de potasse au $\frac{1}{5}$ normale contiendra :

$$\frac{56,1}{5} = 11^{g},22 \text{ par litre,}$$

et 1 centimètre cube de liqueur $= 0,01122\ K^2O$.

Celle d'acide sulfurique *b*, également au $\frac{1}{5}$ normale, contiendra

$$\frac{49}{5} = 9^{g},8 \text{ par litre,}$$

et 1 centimètre cube de liqueur $= 0,0098\ SO^4H^2$

La quantité de liqueur à employer dans le titrage du produit de la calcination se détermine ainsi : considérant la teneur maximum de 500 grammes par litre d'acide citrique contenu dans le jus, nous compterons sur $\frac{1,25 \times 500}{1\,000} = 0,625$ la quantité totale contenue dans les $1^{cm^3},25$ de l'échantillon. Puisque $294\ SO^4H^2 = 420$ acide citrique, il faudra :

$$\frac{294 \times 0,625}{420} = 0^{g},437\ SO^4H^2,$$

et puisque 1 centimètre cube de liqueur contient $0,0098\ SO^4H^2$, on emploiera :

$$\frac{0,437}{0,0098} = 45 \text{ centimètres cubes ou 50 centimètres cubes de liqueur.}$$

Celle de chlorure de calcium aura 1,23 de densité ou 27° B. et contiendra 24 0/0 $CaCl^2$. La quantité de liqueur $CaCl^2$ à employer ne devra pas être inférieure à $1^{cm^3},5$ et il sera inutile normalement d'aller au delà de 2 centimètres cubes.

D'après la réaction, il faut 2 d'acide citrique pour 3 de chlorure de calcium ou $2 \times 210 = 420$ grammes d'acide pour $3 \times 111 = 333$ grammes de chlorure.

Supposons que la quantité d'acide citrique dans le jus concentré s'y trouve à un maximum de 500 grammes par litre, ou :

$$\frac{500 \times 1,25}{1\,000} = 0^{gr},625,$$

pour les $1^{cm^3},25$ de jus de l'échantillon.

Il faudra donc employer pour l'analyse :

$$\frac{333 \times 0,625}{420} = 0^{g},5\ Cl^2Ca;$$

puisque la liqueur à 27° ou à 1,23 de densité contient 24 0/0 Cl^2Ca, la quantité à employer ne devra pas être inférieure à :

$$\frac{100 \times 0,5}{24} = 2^{g},09 \quad \text{ou} \quad \frac{2,09}{1,23} = 1^{cm3},7;$$

C'est pourquoi il sera prudent de prendre 2 centimètres cubes afin d'être sûr d'avoir un excès de Cl^2Ca.

Citrate de calcium. — Dans le citrate de calcium du commerce, on peut avoir :

De l'acide citrique non saturé;

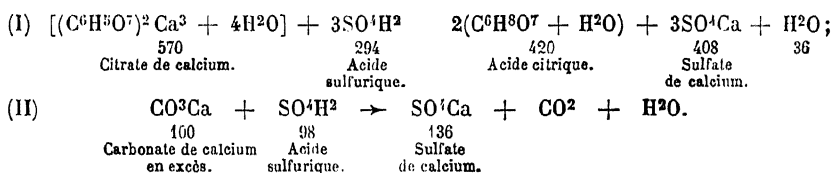
Du carbonate de calcium en excès.

D'un échantillon moyen et bien mélangé de citrate on en prélève 1 gramme que l'on met dans une capsule de porcelaine bien blanche, et on ajoute de la liqueur $\frac{1}{5}$ normale d'acide sulfurique en quantité suffisante pour décomposer tout le citrate (environ 80 centimètres cubes de liqueur si le citrate renferme un excès de carbonate) et on chauffe. On obtient l'acide citrique libre en dissolution et du sulfate de calcium insoluble selon les réactions suivantes :

(I) $$[(C^6H^5O^7)^2Ca^3 + 4H^2O] + 3SO^4H^2 \quad 2(C^6H^8O^7 + H^2O) + 3SO^4Ca + H^2O;$$

570 Citrate de calcium. — 294 Acide sulfurique. — 420 Acide citrique. — 408 Sulfate de calcium. — 36

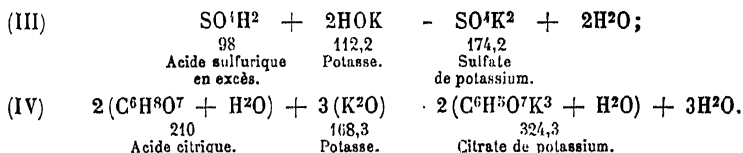
(II) $$CO^3Ca + SO^4H^2 \rightarrow SO^4Ca + CO^2 + H^2O.$$

100 Carbonate de calcium en excès. — 98 Acide sulfurique. — 136 Sulfate de calcium.

Après avoir chauffé un moment, on neutralise à chaud par la liqueur $\frac{1}{5}$ normale de potasse :

(III) $$SO^4H^2 + 2HOK - SO^4K^2 + 2H^2O;$$

98 Acide sulfurique en excès. — 112,2 Potasse. — 174,2 Sulfate de potassium.

(IV) $$2(C^6H^8O^7 + H^2O) + 3(K^2O) \cdot 2(C^6H^5O^7K^3 + H^2O) + 3H^2O.$$

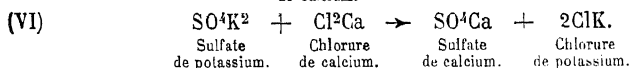
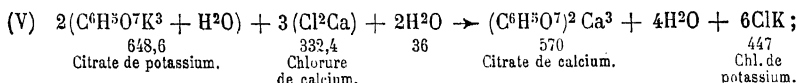
210 Acide citrique. — 168,3 Potasse. — 324,3 Citrate de potassium.

On filtre pour séparer le dépôt abondant de sulfate de calcium et on lave à l'eau chaude. Le liquide filtré est réuni aux eaux de lavage et on porte à l'ébullition. On ajoute ensuite en léger excès (1,5 à 2 centi-

mètres cubes) de la liqueur de chlorure de calcium :

(V) $2(C^6H^5O^7K^3 + H^2O) + 3(Cl^2Ca) + 2H^2O \rightarrow (C^6H^5O^7)^2Ca^3 + 4H^2O + 6ClK$;

648,6 Citrate de potassium. — 332,4 Chlorure de calcium. — 36 — 570 Citrate de calcium. — 447 Chl. de potassium.

(VI) $SO^4K^2 + Cl^2Ca \rightarrow SO^4Ca + 2ClK.$

Sulfate de potassium. — Chlorure de calcium. — Sulfate de calcium. — Chlorure de potassium.

Donc le sulfate de potassium et le citrate de potassium des réactions (V) et (VI) se sont transformés respectivement en sulfate de calcium et citrate de calcium.

On continue alors l'analyse exactement comme pour l'analyse du jus de citron après le traitement par le Cl^2Ca, c'est-à-dire qu'on maintient l'ébullition pendant une demi-heure pour insolubiliser le citrate, on filtre sur filtre Berzélius et entonnoir Joulie ; on lave le précipité à cinq ou six reprises avec de l'eau bouillante, puis on neutralise avec une goutte d'ammoniaque les eaux de lavage qui sont ensuite concentrées pour en séparer le citrate qu'elles avaient entraîné. On sèche les deux filtres et on les passe à la calcination; on met les cendres dans la capsule avec une goutte d'eau et on écrase au pilon ; on met l'excès de liqueur d'acide sulfurique, on chauffe et ramène le tournesol au bleu au moyen de la liqueur correspondante de potasse. On calcule comme indiqué pour l'analyse des jus de citron.

Soit

M = le nombre de centimètres cubes de liqueur sulfurique $\frac{1}{5}$ normale mis pour dissoudre les cendres provenant de la calcination des filtres ;
m = le nombre de centimètres cubes de liqueur de potasse saturant exactement la liqueur sulfurique, employée pour ramener le tournesol au bleu ;
N = le nombre de centimètres cubes de liqueur sulfurique réellement employée pour saturer l'alcalinité des cendres ;
n = la quantité de SO^4H^2 contenue dans 1 centimètre cube de liqueur sulfurique ;
X' = acide citrique obtenu dans l'analyse de 1 gramme de citrate ;
X = acide citrique 0/0.

Nous aurons :

$$N = M - m ;$$

$$X' = \frac{2 \times 210}{3 \times 98} = Nn = 1,4285\ Nn.$$

Si la liqueur sulfurique est au $\frac{1}{5}$ normale, $1^{cm3} = 0,0098\ SO^4H^2$, et dans ce cas la quantité d'acide contenu dans 1 gramme sera :

$$X' = 1,4285 \times 0,0098\ N = 0,014\ N.$$

$X = 1,4$ N sera le résultat 0/0 de l'échantillon.

Supposons avoir mis sur les cendres 50 centimètres cubes de liqueur $\frac{1}{5}$ normale sulfurique et employé 5 centimètres cubes de liqueur $\frac{1}{5}$ normale de potasse :

$$N = 50 - 5 = 45 \text{ centimètres cubes}$$

et

$$X = 1,4 \times 45 = 63.$$

Donc l'échantillon de citrate de chaux aura un contenu de 63 0/0 d'acide citrique cristallisable.

Méthode officielle italienne. — A la suite de la promulgation de la loi du 5 juillet 1908 constituant une chambre *agrumaria* en Sicile, le ministre de l'Agriculture publia le décret du 24 décembre 1908 fixant les méthodes officielles des analyses que devra exclusivement employer la chambre *agrumaria*. Ces méthodes sont spécifiées dans les articles 2, 3, 4 du susdit décret, ainsi conçus :

« ART. 2. — On emploiera pour le jus concentré la méthode de Warington, décrite dans les *Annales du Laboratoire chimique central des Gabelles* (vol. V, 1re partie, p. 49), dans l'ouvrage *Commercial Organic Analysis* d'Alfred H. Allen (3e édition, volume I, p. 539) et dans l'ouvrage *Chemish-Technische Untersuchung-Methodere* du Dr Georg Lunge (4e édition, vol. III, p. 875).

« ART. 3. — Pour le citrate de chaux, on emploiera la méthode dite *par incinération*, appelée encore *méthode anglaise*, qui est décrite dans les *Annales du Laboratoire chimique central des Gabelles* (vol. V, 1re partie, p. 103 et suiv.) et dans l'ouvrage *Commercial Organic Analysis* d'Alfred H. Allen (3e édition, vol. I, p. 542).

« ART. 4. — Les résultats des analyses seront toujours exprimés en acide citrique cristallisé avec molécule d'eau. »

La méthode par incinération pour l'analyse du citrate de chaux est décrite dans les *Annales du Laboratoire chimique central des Gabelles*, comme suit :

« I. On pèse 2 grammes de citrate de chaux très finement pulvérisé que l'on verse dans un creuset de platine avec couvercle, et on met à calciner sur une petite flamme en ayant soin de placer le creuset à une hauteur d'environ 0m,30 et abaissant graduellement jusqu'à ce que commence la calcination avec un lent développement de fumée. On continue d'abaisser le creuset jusqu'à ce qu'il repose sur la flamme, puis on le

porte sur une flamme puissante à gaz ou à benzine et on calcine jusqu'à ce que le contenu soit devenu parfaitement blanc. On laisse refroidir et on introduit soigneusement le creuset dans un verre allongé de 150 centimètres cubes et on ajoute 35 centimètres cubes de liqueur normale d'acide chlorhydrique. On couvre avec un verre de montre et on met à bouillir doucement sur une petite flamme jusqu'à ce que le contenu du creuset soit complètement dissous. On découvre alors le verre et, avec une baguette de verre pliée à angle aigu, on soulève le creuset et on le lave soigneusement, intérieurement et extérieurement, en faisant tomber les eaux de lavage dans le verre. On ajoute 2 gouttes de phénolphtaléine au 1/100 et on titre à chaud (50-60°) avec soude normale jusqu'au virage franchement rose persistant. On retranche le nombre de centimètres cubes de soude de celui d'acide minéral employé et le résultat est rapporté au 100.

« II. On pèse 4 grammes de citrate de calcium que l'on verse dans un verre de 150 centimètres cubes, on ajoute 30 centimètres cubes de liqueur normale d'acide chlorhydrique et on met à bouillir doucement après avoir recouvert d'un verre de montre. On agite de temps en temps pour rompre l'écume qui se forme au début. On lave le verre de montre et on titre avec soude normale jusqu'à réaction neutre au papier de tournesol. On retranche le nombre de centimètres cubes de soude de celui de l'acide minéral employé, on rapporte à 100. On multiplie ce résultat par 0,05 et on obtient le 0/0 de carbonate de chaux.

« On déduit le nombre de centimètres cubes obtenu dans ce deuxième essai du nombre obtenu dans le premier et on multiplie le résultat par 0,07, obtenant ainsi le 0/0 d'acide citrique. »

TROISIÈME PARTIE

DESCRIPTION DE LA FABRICATION

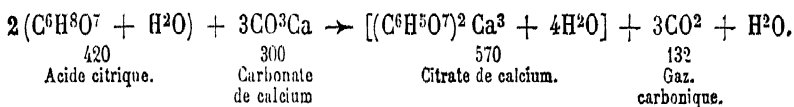
CHAPITRE PREMIER

REACTIONS CHIMIQUES DES OPÉRATIONS

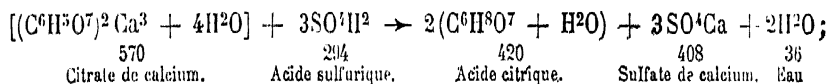
Les principales phases de la fabrication de l'acide citrique sont les suivantes :

a) Saturation du jus de citron étendu d'eau et précipitation du citrate de calcium :

$$2(C^6H^8O^7 + H^2O) + 3CO^3Ca \rightarrow [(C^6H^5O^7)^2 Ca^3 + 4H^2O] + 3CO^2 + H^2O.$$

420	300	570	132
Acide citrique.	Carbonate de calcium	Citrate de calcium.	Gaz. carbonique.

b) Décomposition du citrate de calcium et obtention de l'acide citrique en dissolution :

$$[(C^6H^5O^7)^2 Ca^3 + 4H^2O] + 3SO^4H^2 \rightarrow 2(C^6H^8O^7 + H^2O) + 3SO^4Ca + 2H^2O;$$

570	294	420	408	36
Citrate de calcium.	Acide sulfurique.	Acide citrique.	Sulfate de calcium.	Eau

c Concentration de la solution critique et granulation de l'acide;

d) Dissolution, purification et décoloration du granulé;

e) Cristallisation et emballage;

f) Traitement des eaux-mères;

g) Traitement des granulés secondaires.

CHAPITRE II

SATURATION. — SÉPARATION DU CITRATE

Cette opération se fait à chaud dans une cuve en bois doublée de plomb, munie d'un agitateur et d'un barboteur de vapeur. Le couvercle de cette cuve forme un plancher résistant sur lequel on entrepose le carbonate de chaux.

La charge de jus de citron est amenée dans cette cuve, appelée saturateur, au moyen d'un monte-jus à air comprimé. On y ajoute un volume

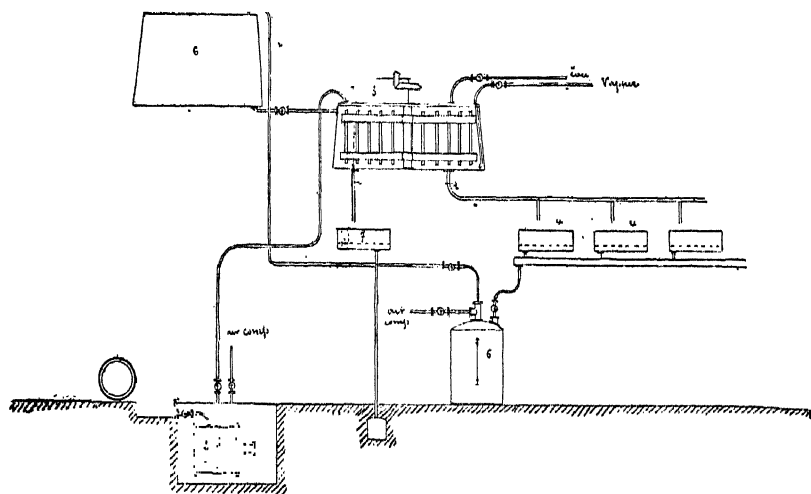



FIG. 85. — Saturation du jus de citron.

d'eau ou de petits jus de lavage égal à deux ou trois fois le volume de jus introduit. On chauffe au moyen du barboteur de vapeur pour porter la température à 60° C., puis on commence la saturation en faisant tomber en éventail, au moyen d'un petit balai, le carbonate de chaux préalablement versé sur la plate-forme ou couvercle de la cuve. L'introduction du carbonate doit se ralentir à mesure qu'on approche de la fin de l'opération, et il faut se garder de saturer à fond, car une légère acidité est nécessaire pour faciliter le lavage du citrate.

Il convient, au cours de la saturation, de ne pas atteindre la température d'ébullition comme aussi de ne pas mettre trop de carbonate à la fois, on évite ainsi le débordement de la mousse produite à la surface du liquide par le dégagement de l'anhydride carbonique. Mais, comme cette mousse ne peut pas être évitée, il sera prudent de calculer les dimensions du saturateur de façon que la masse de la charge ne dépasse pas la moitié de sa hauteur. Si, pourtant, un débordement venait à se produire, on se servirait d'un petit tube de caoutchouc pour asperger d'eau la surface de la mousse qui tomberait immédiatement.

On reconnaît que la saturation est terminée de deux manières :

Au laboratoire, par un essai alcalimétrique, qui doit accuser généralement de 1,5 à 2 grammes d'acide citrique par litre;

Pratiquement, en prélevant au moyen d'une éprouvette un échantillon de la masse de liquide que l'on verse dans un verre à pied et auquel on ajoute une pincée de carbonate de chaux. On agite avec une petite spatule en bois, et on ramène sur le bord du verre la mousse qui se forme. Si on voit se produire des bulles de gaz qui viennent crever à la surface et exactement au centre du verre, c'est un indice que la saturation est incomplète, et on doit la continuer jusqu'à ce qu'un nouvel échantillon ne donne plus d'effervescence.

Quand la saturation est terminée, on ajoute une petite quantité d'eau, ce qui facilitera la précipitation du citrate, et on porte la masse à une franche ébullition, que l'on maintient pendant cinq minutes.

On arrête alors la vapeur, et on coule sur des caisses filtrantes à double fond la masse entière qui contient le citrate de chaux en suspension. La partie liquide passe rapidement à travers la toile filtrante qui retient tout le citrate de chaux. Celui-ci est étendu sur toute la surface de la toile en une couche régulière de $0^{m},25$ d'épaisseur et on lave à l'eau bouillante jusqu'à ce qu'un échantillon du liquide de lavage présente une teinte légère de jaune paille et le citrate un aspect suffisamment blanc.

On relève alors le citrate en tas sur la caisse pour le laisser bien égoutter et on le porte directement dans la cuve à décomposition.

Une caisse à citrate est lavée à huit ou dix reprises. On travaille fréquemment les caisses au moyen d'une spatule en bois en faisant une série d'incisions très rapprochées sur la couche du citrate, puis on lisse soigneusement la surface pour éviter les voies d'eau. Le lavage d'une caisse demande environ huit heures. Mais, si la saturation n'a pas été régulièrement et soigneusement faite, on peut employer dix et même douze heures.

Les eaux de lavage sont réunies au premier liquide filtré et, au moyen d'un monte-jus, on envoie le tout dans un saturateur où on sature à fond. On coule ensuite dans une caisse filtrante spéciale. Le citrate re-

cueilli est ajouté au précédent et le liquide filtré est évacué aux résidus

Suivant les circonstances, on pourrait séparer les eaux de lavage du citrate et s'en servir pour diluer le jus de citron. Dans ce cas, on ne saturerait à fond que le liquide de premier jet. Quand cette saturation serait terminée, on laisserait en repos pendant deux heures et on siphonnerait le liquide qui serait envoyé aux résidus. Le dépôt de citrate qui contiendrait un excès de CO^3Ca serait porté dans le saturateur du jus de citron et mélangé avec la charge d'une saturation de jus.

Enfin on pourrait aussi saturer le mélange du liquide de premier jet des eaux de lavage avec un lait de chaux bien pur, ce qui faciliterait beaucoup l'opération.

Quels que soient les détails de l'opération, on ne doit employer pour la saturation que du carbonate ou de la chaux renfermant le moins possible d'impuretés. La magnésie, l'acide phosphorique, l'alumine et le fer que l'on rencontre fréquemment dans les calcaires souillent les liqueurs et occasionnent des pertes sensibles d'acide citrique.

Moyennement, la saturation de 1.000 kilogrammes ou 800 litres de jus concentré, contenant environ 320 kilogrammes d'acide citrique cristallisable, demande 2.000 litres d'eau pour la dilution et 250 à 280 kilogrammes de carbonate de chaux. L'opération dure quatre heures. Elle rend 1.200 kilogrammes de citrate de chaux à 60 0/0 d'eau ou 480 kilogrammes de citrate sec à 95 0/0 de pureté correspondant à 320 kilogrammes d'acide citrique. Le produit occupe deux caisses à citrate de dimensions ordinaires.

CHAPITRE III

DÉCOMPOSITION DU CITRATE

Le citrate, lavé et égoutté, est décomposé par l'acide sulfurique à 58-60° B. étendu de cinq à six fois son volume avec de l'eau ou liquides faibles des lavages.

La décomposition du citrate se fait à chaud dans un cuvier en bois doublé de plomb, muni d'agitateur et barboteur de vapeur.

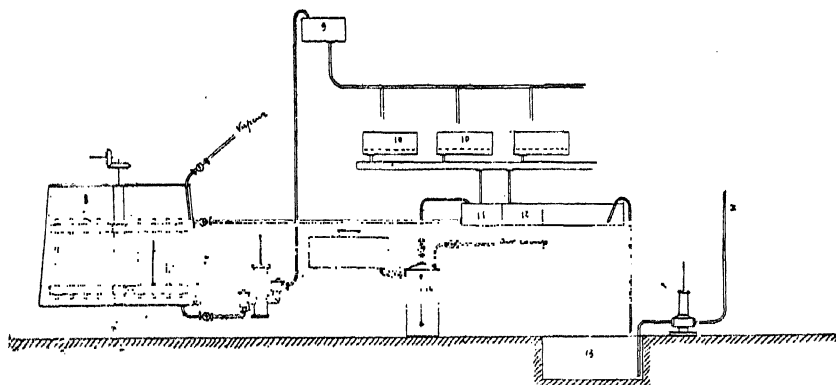



FIG. 86. — Décomposition du citrate de chaux.

On met d'abord la quantité convenable d'eau ou liquides faibles de 2 à 4° B., puis un poids d'acide sulfurique que l'on fixe provisoirement égal à celui du carbonate de chaux employé pour la saturation, ou encore d'environ 140 kilogrammes par caisse de citrate humide, ce qui correspond à 60 0/0 du poids de citrate sec. On fait fonctionner l'agitateur, on met la vapeur et chauffe vers 55-57° C., on fait tomber dans la masse du liquide, par petites fractions, le citrate de chaux qui est décomposé au fur et à mesure. La température ne devra, en aucun cas, dépasser 60°, car au delà les liquides se colorent.

Lorsqu'on a mis dans la cuve tout le citrate à décomposer, on procède à un essai pour s'assurer si la quantité d'acide introduit est suffisante pour décomposer tout le citrate. Un léger excès d'acide sulfurique est

nécessaire pour dissoudre les impuretés et favoriser par conséquent la granulation de l'acide citrique dans les appareils à granuler.

Cet excès doit être d'environ 2 0/0 sur l'acidité totale du liquide calculée en acide citrique.

L'essai pour le réglage et la mise à point de la décomposition peut se faire de deux manières : pratiquement sur place, ou au laboratoire.

L'essai pratique se fait de la façon suivante :

On prend un tube à essai de $0^{m},02$ à $0^{m},03$ de diamètre portant à sa partie inférieure deux traits de graduation marquant des capacités de 5 centimètres cubes chacun. Au moyen d'une éprouvette, on prélève dans la cuve un échantillon du liquide à essayer, on en filtre 5 centimètres cubes que l'on met dans le tube à essai, on ajoute 5 centimètres cubes de liqueur de chlorure de calcium à 27° B. et on chauffe à ébullition. Après repos, on doit avoir au fond du tube un dépôt de sulfate de chaux de $\frac{1}{4}$ centimètre cube bien séparé et bien franc.

Si on n'avait aucun précipité, cela indiquerait que l'acide sulfurique est en quantité insuffisante, et qu'il reste du citrate indécomposé, ou tout au moins que cette quantité est exactement celle correspondant à la décomposition du citrate sans excès, et on ajouterait encore de l'acide sulfurique. Si, au contraire, le précipité était trop abondant, on ajouterait une quantité convenable de citrate qui ramènerait cet excès à sa juste valeur.

Ceci est le réglage industriel de la décomposition. Il répond suffisamment aux besoins et correspond à l'excès nécessaire de 2 à 2,5 0/0.

Pour le réglage au laboratoire, voir cinquième partie, *Laboratoire* (p. 431).

Lorsque la décomposition est bien réglée, on met dans la cuve 7 kilogrammes de noir animal lavé en pâte pour 1.000 kilogrammes de citrate humide traité, puis une dissolution de prussiate jaune de potasse à raison de 3 kilogrammes prussiate pour 1.000 kilogrammes d'acide sulfurique employé pour la décomposition. Le prussiate élimine les sels de fer contenus dans l'acide sulfurique en les précipitant à l'état de ferrocyanure ferrique ou bleu de Prusse.

On laisse tourner l'agitateur pendant un quart d'heure encore pour que la réaction soit complète et, soit directement, soit au moyen d'une pompe suivant la disposition des lieux, on envoie toute la masse dans des caisses filtrantes à double fond semblables à celles du citrate dans lesquelles la liqueur contenant l'acide citrique en dissolution se sépare du sulfate de chaux. Ce sulfate est lavé à l'eau bouillante jusqu'à réaction neutre.

Le liquide filtré de premier jet pèse environ 15-17° B. ; il est reçu dans

une grande caisse plombée où on fait arriver aussi les eaux de lavage du sulfate supérieures à 4° B. L'ensemble du liquide pèse 10 à 12° B. et contient environ 130 grammes d'acide citrique par litre. Il est aspiré directement par le tuyau de charge des appareils évaporateurs.

Le sulfate de chaux qui est resté sur la toile filtrante de la caisse à double fond forme une couche de $0^{m},12$ à $0^{m},15$ d'épaisseur que l'on lave à l'eau bouillante. Les eaux de lavage supérieures à 4° B. sont réunies, comme nous l'avons dit, au liquide de premier jet ; celles marquant moins de 4° sont recueillies séparément ; leur ensemble marque 2 à 3° et contient 30 grammes d'acide citrique par litre. On s'en sert pour diluer l'acide sulfurique d'une décomposition suivante.

De temps en temps, et principalement vers la fin du lavage, quand le liquide est tombé à 1° B., on travaille soigneusement la caisse au moyen de la spatule en bois. Les incisions doivent être faites très rapprochées les unes des autres, on lisse ensuite toute la surface de la caisse pour ne pas avoir de fissures. Ces incisions facilitent beaucoup le lavage et l'épuisement du tourteau et diminuent le temps nécessaire pour le lavage d'une caisse, qui est d'environ six heures ; on fait moyennement dix lavages pour épuiser le sulfate de chaux d'une caisse.

Quand le sulfate de chaux ne donne plus de réaction acide ou quand un essai alcalimétrique n'indique plus que $0^{gr},1$ par 100 grammes de sulfate de chaux humide, celui-ci est enlevé et envoyé aux résidus.

Pour l'essai alcalimétrique, on se sert d'une liqueur 1/5 normale de potasse ; on opère sur 10 grammes de sulfate de chaux que l'on dilue avec de l'eau bouillante. La quantité d'acide citrique ne devra pas dépasser 0,1 pour 100 ou 0,01 pour 10 grammes.

210 d'acide citrique correspondant à $(3 \times 56,1) = 168,3$ de potasse. Pour $0^{cm^3},01$ on ne devra donc pas employer plus de

$$\frac{168 \times 0,01}{210 \times 0,01122} = 0^{cm^3},7 \text{ à } 0^{cm^3},8 \text{ de liqueur } \frac{1}{5} \text{ normale.}$$

En employant pour le premier lavage du sulfate les dernières eaux faibles d'un lavage antérieur, on diminuerait notablement le volume des petits jus. Il suffirait pour cela d'envoyer ces eaux dans un bac chauffé à la vapeur.

CHAPITRE IV

CONCENTRATION ET GRANULATION

La solution citrique à 10° B. provenant de la décomposition du citrate de chaux est aspirée directement par le tuyau de charge d'un appareil à évaporer dans le vide dit évaporateur, qui le concentre jusqu'à 25-28° B.

Ce liquide, après sa concentration, est repris par un deuxième appareil à vide dit à granuler, qui l'évapore jusqu'à 45-50° B., c'est-à-dire jusqu'à la granulation de l'acide. La masse concentrée est coulée dans des caisses, où, par différence de densité, l'eau-mère se sépare de la partie cristalline. Le granulé est turbiné, lavé, puis redissous et purifié en vue de la cristallisation finale qui donne l'acide commercial. Tous ces ap areils sont en plomb durci.

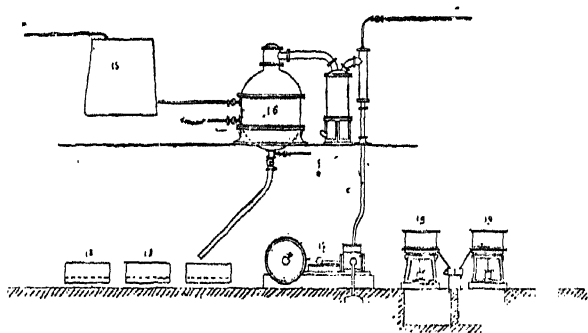



FIG. 87. — Concentration et granulation.

L'évaporateur porte à l'intérieur deux serpentins concentriques qui montent parallèlement au corps cylindrique. Ces serpentins sont en plomb avec âme de cuivre; l'un et l'autre reçoivent la vapeur directement des chaudières.

L'appareil à granuler ne possède qu'un seul serpentin qui se développe contre la paroi cylindrique et se termine en colimaçon sur le fond de l'appareil.

Les vapeurs d'évaporation se dégagent par la partie supérieure au moyen d'un tube à grande section qui communique avec un condenseur produisant le vide dans l'appareil. Ce tube porte un vase de sûreté appelé

brise-mousse dont la fonction est de retenir les parcelles de liquide qui sont entraînées hors de l'appareil, quand l'ébullition est trop active avec un niveau de liquide élevé.

On met dans l'évaporateur une première charge de liquide à 14-15° B. que l'on réduit à moitié par évaporation; puis on recharge par-dessus et on réduit à la même hauteur. La masse du liquide sera donc réduite à $\frac{1}{3}$ de son volume primitif et elle marquera 27-28° B. Cette évaporation s'opère sous un vide de $0^m,70$-$0^m,72$ de mercure, à la température de 70-75° C. Cette première concentration au tiers du volume primitif a pour but de faciliter la séparation du sulfate de chaux, qui est dissous dans la liqueur acide. Une partie de ce sulfate se précipite dans l'appareil même, ce qui oblige à des nettoyages périodiques. L'autre partie est séparée par décantation ou par filtration. Le liquide filtré est repris par l'appareil à granuler.

L'évaporation dans l'appareil à granuler se fait également sous un vide de $0^m,70$-$0^m,72$ de mercure à la température de 70-75° B. Mais, dès que le granulé a fait son apparition (ce que l'on aperçoit à travers une glace placée sur l'appareil), on baisse la température à 60° et on continue ainsi jusqu'à la fin de l'opération. L'abaissement de température, en même temps que l'agitation de la masse du liquide produite par les bouillonnements de l'évaporation, facilite et active la granulation.

A mesure que l'on approche de la fin de l'opération (environ trente à quarante-cinq minutes après l'apparition du granulé), on voit disparaître la mousse qui recouvrait le liquide et l'agitation diminue jusqu'à devenir très faible; on ferme alors l'introduction de la vapeur, on enlève le vide, et on coule le liquide qui est concentré à 45° B. dans une caisse plombée où il granule complètement et se prend en masse. On laisse refroidir pendant trente-six heures.

Pour une fabrication de peu d'importance, on pourrait se contenter d'installer un seul appareil pour évaporer et granuler. On choisirait dans ce cas un évaporateur à deux serpentins qui pousserait la concentration jusqu'à granulation après avoir fait cinq, six et même huit recharges successives suivant la concentration du liquide de la décomposition.

La granulation est une opération délicate qu'il convient de mener lentement et de surveiller de près pour l'arrêter au point voulu. L'opération ne doit pas être poussée trop loin, car l'acide sulfurique provenant de l'excès ajouté lors de la décomposition formerait avec le sulfate de chaux qui se trouve toujours dissous dans le liquide, et l'acide non granulé, une sorte de liquide visqueux, difficile à éliminer, qui envelopperait les grains et empêcherait leur lavage.

Il arrive parfois que l'écume produite sur la surface du liquide est

tellement abondante qu'elle remplit l'espace vide de l'appareil et empêche de surveiller l'opération. Quand le fait se présente, on introduit par un robinet à entonnoir placé sur l'appareil une petite quantité (200 grammes environ) d'huile d'olive qui fait tomber cette écume.

Les caisses de refroidissement du granulé doivent avoir des dimensions telles qu'une caisse reçoive toute la charge d'une opération (700 kilogrammes). Pendant le refroidissement il se forme une pâte compacte d'acide citrique à cristallisation très menue, sur laquelle vient surnager une couche visqueuse d'eau-mère chargée d'acide sulfurique et de sulfate de chaux, qui s'est séparée par différence de densité. On enlève d'abord cette eau-mère; puis, au moyen d'une pince en cuivre, on détache le granulé en grosses mottes que l'on relève en tas sur la caisse même pour le laisser égoutter. Ce granulé est ensuite porté dans un hydro-extracteur ou turbine centrifuge où il est lavé et séché.

Ce granulé est dit de *première*. Il est redissous, décoloré et épuré, puis transformé en acide cristallisé du commerce.

L'eau-mère diluée, filtrée et évaporée donne un nouveau granulé plus impur que l'on appelle granulé de *seconde*.

CHAPITRE V

DISSOLUTION ET DÉCOLORATION DU GRANULÉ

La dissolution du granulé devant servir pour la cristallisation finale se fait à l'eau chaude dans une cuve doublée de plomb, munie d'un barboteur de vapeur. On verse dans la cuve une certaine quantité d'eau, puis un volume égal d'eaux-mères blanches des cristallisoirs. Au moyen de la vapeur, on porte la température à 75° environ (ne jamais dépasser 80°), et on ajoute du granulé en quantité suffisante pour que la dissolution atteigne une densité de 28° B. à chaud.

On met alors du noir lavé en pâte pour la décoloration, puis du prussiate jaune de potasse pour éliminer le fer, et, au besoin, une petite quantité d'acide sulfurique pour maintenir un excès de 2 à 2,5 0/0 de cet acide.

Cet excès d'acide sulfurique est absolument nécessaire : d'abord, il augmente la solubilité de l'acide citrique, ce qui permet de porter la solution à un plus haut degré de concentration ; ensuite, il entretient pendant la cristallisation une température convenable qui rend cette cristallisation plus lente et concourt ainsi à la formation de beaux cristaux.

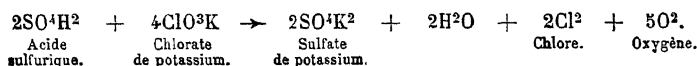
Pendant tout le temps que dure l'opération, on doit, au moyen d'un ringard en bois, brasser énergiquement le liquide non seulement pour aider à la dissolution, mais encore pour faciliter la décoloration. Pour ce même motif, on ne devra pas descendre au-dessous de 75° qui est la température la plus convenable pour l'action du noir. Enfin on obtiendra un meilleur résultat, si on fait un bon transvasement, au moyen d'une pompe qui prendrait le liquide au bas de la cuve et le ramènerait à sa partie supérieure.

Vers la fin de l'opération on s'assurera par des prises d'échantillon que la décoloration est complète et que le prussiate a été mis en quantité exacte. L'adjonction de quelques gouttes de prussiate dans un échantillon du liquide filtré doit donner une teinte légèrement bleutée. Une teinte franchement bleue indiquerait un défaut de réactif. Si au contraire la teinte était bleu grisâtre et ne variait pas en ajoutant du prus-

siate ou bien encore si le liquide donnait une coloration bleue ou verte avec le chlorure de fer, cela indiquerait un excès de réactif qui doit être absolument évité.

On pourra aussi ajouter dans la cuve de dissolution, vers la fin de l'opération, une petite quantité de chlorate de potasse, lequel, décomposé par l'acide sulfurique en excès, dégagera du chlore qui complètera la décoloration, et de l'oxygène qui détruira les matières organiques :

$$2SO^4H^2 + 4ClO^3K \rightarrow 2SO^4K^2 + 2H^2O + 2Cl^2 + 5O^2.$$

2SO⁴H²	4ClO³K	2SO⁴K²	2H²O	2Cl²	5O²
Acide sulfurique.	Chlorate de potassium.	Sulfate de potassium.		Chlore.	Oxygène.

On en met une quantité suffisante pour que le liquide prenne une légère teinte verdâtre.

Quand l'opération est terminée, on l'envoie au moyen d'une pompe à membrane de caoutchouc dans une cuve doublée de plomb placée au niveau supérieur de l'atelier et on soumet le liquide pendant une demi-heure à un barbotement de gaz sulfhydrique qui fait précipiter les sels de plomb à l'état de sulfure de plomb insoluble.

Le liquide passe ensuite à travers un filtre-presse à plateaux de bois. Il est prêt alors à être concentré pour la cristallisation finale.

La dissolution des granulés secondaires se fait de la même manière, mais on porte la concentration à 20-25° B. seulement et on supprime les traitements au chlorate et à l'anhydride sulfhydrique. Pour une dissolution de 3.500 litres environ, on met 50 kilogrammes de noir et de 5 à 10 kilogrammes de prussiate et même plus, suivant que l'on redissout du granulé ou des eaux-mères très impures. La quantité de chlorate de potasse employé dans une dissolution de blanc est de 4 à 5 kilogrammes.

CHAPITRE VI

CRISTALLISATION ET EMBALLAGE

La dissolution du granulé, quand elle est décolorée, épurée et filtree, est aspirée par un petit appareil à évaporer qui la concentre jusqu'à 35-36° B. à chaud. On coule la charge dans des terrines tronc-coniques en grès, vernissées intérieurement, qui servent de cristallisoirs. Ces terrines ont une contenance de 8 à 10 litres, elles sont rangées sur les étagères de grandes armoires fermées, où on les laisse refroidir quatre ou cinq jours suivant la saison.

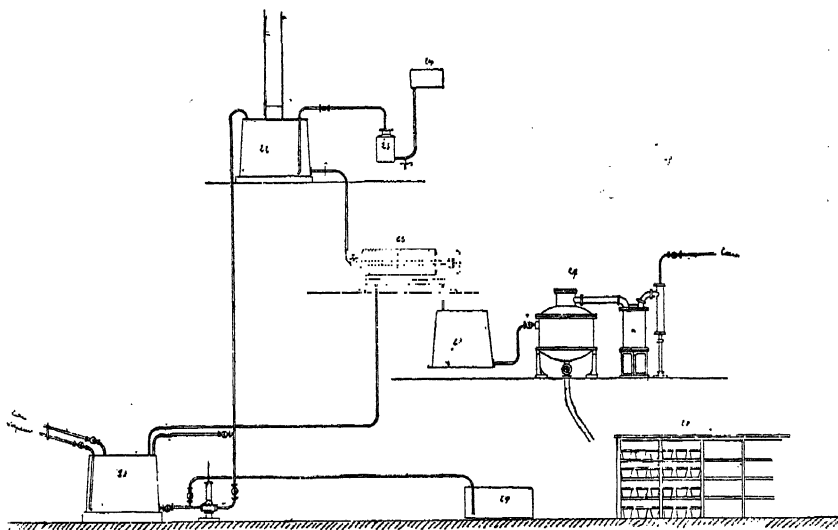



Fig. 88. — Cristallisation.

Quand le liquide est convenablement refroidi, on retire les terrines une à une, et on les vide complètement sur un tamis, en toile de cuivre rouge, posé sur une caisse-réservoir dans laquelle s'écoule l'eau-mère. Les cristaux retenus sur le tamis sont portés dans une turbine pour y être essorés, lavés et séchés. L'eau-mère retourne dans la cuve à disso-

lution du granulé, et sert par conséquent à des cristallisations successives. Chaque terrine rend 4 kilogrammes d'acide cristallisé.

Les cristaux d'acide citrique doivent être petits (de la grosseur d'un gros pois chiche) et uniformes le plus possible. Le commerce s'attache particulièrement à cette condition. Ils doivent être purs et presque complètement exempts de métaux. La pharmacopée britannique ne tolère qu'une proportion de 25 parties de plomb pour 1 million (0,000025), soit 0,0025 0/0 (voir la note sur l'élimination des métaux, p. 434).

En sortant des cristallisoirs, les cristaux sont soudés entre eux ; on les sépare au moyen d'une petite masse de bois, puis on les crible. La quantité de criblures est assez importante ; elle représente de 25 à 30 0/0 de la quantité totale de cristaux marchands retirés du crible. On s'en débarrasse difficilement et le plus souvent on est obligé de les refondre et de les soumettre à une nouvelle cristallisation.

Pour obtenir la meilleure cristallisation, on ne doit pas pousser la concentration du liquide au delà de 36° B. à chaud. Au delà de cette limite on risquerait d'obtenir des croûtes épaisses sans forme caractéristique de cristallisation. L'expérience a démontré qu'un refroidissement trop lent donnerait de mauvais résultats. On ne doit pas employer plus de quatre à cinq jours pour que la température des eaux mères se soit abaissée à 16-18° C. On règle en conséquence la température de la salle de cristallisation, qui doit être constante ; chauffée en hiver et ventilée convenablement en été. Si cette salle ne comporte pas d'étage, il sera bon de placer un lambris sous les fermes de la toiture.

L'acide citrique est expédié généralement en caisses de 25, 50 et 100 kilogrammes. On a le soin de garnir les parois intérieures des caisses d'une feuille de papier bleu, qui flatte et donne un meilleur aspect aux cristaux.

CHAPITRE VII

TRAITEMENT DES EAUX-MÈRES ET LIQUIDES DE TURBINAGE

Eaux-mères et eaux de turbinage des cristaux blancs. — Cette eau-mère qui pèse environ 30-35° B. contient 600-650 grammes d'acide citrique par litre. Elle est recueillie dans une citerne centrale et on y joint l'eau qui a servi au rinçage des terrines. Ces liquides sont traités et purifiés dans la cuve à dissolution du granulé de première et après leur concentration donnent de nouvelles quantités de cristaux blancs.

L'égout et le lavage du turbinage des cristaux blancs sont envoyés dans la cuve à dissolution du granulé de deuxième et, après traitement, donnent un granulé de première.

Eaux-mères et eaux de turbinage du granulé de première. — Cette eau-mère contient environ 500 grammes d'acide citrique par litre. Elle contient comme impuretés un excès d'acide sulfurique et du sulfate de chaux.

L'eau-mère et l'égout du turbinage du granulé de première sont envoyés dans la cuve à dissolution des produits secondaires, où on les mélange à l'égout et au lavage des cristaux blancs. Ces liquides décolorés, purifiés et concentrés donnent un granulé de *seconde*, lequel, s'il est bien propre, est joint à celui de première pour la cristallisation finale. S'il est trop impur, il est encore redissous pour former un granulé de *première*.

Dans la cuve à dissolution, on dilue ces liquides avec de l'eau chaude jusqu'à 28-30° B. On ajoute du noir et du prussiate de potasse, on chauffe, on agite, puis on porte le liquide dans un réservoir supérieur et on filtre. On concentre ensuite dans un appareil à granuler.

Eaux-mères et eaux de turbinage du granulé de deuxième. — L'eau-mère du granulé de deuxième, l'égout de la turbine et les eaux de lavage auxquelles on ajoute le lavage de la turbine de granulé de première sont traités comme ci-dessus, mais le granulé qui en résulte est

dit de *troisième*. Il est redissous une ou deux fois pour pouvoir être mélangé à celui de *première*.

Eaux-mères et eaux de turbinage du granulé de troisième. — Le liquide comprenant l'eau-mère du granulé de troisième mélangé au lavage de la turbine (mais non l'égout) est traité comme ci-dessus, c'est-à-dire dilué, décoloré, filtré et concentré jusqu'à granulation, ce qui donne un nouveau granulé de troisième.

Quant à l'égout de la turbine, il est mis en réserve et, lorsqu'il se trouve en quantité suffisante, on le prend directement dans un appareil à évaporer. Cette concentration sans aucun traitement préalable donne le granulé de quatrième.

Eaux-mères et égout du granulé de quatrième. — Le granulé de quatrième est turbiné sans lavage. L'eau-mère et l'égout de la turbine, qui sont surchargés d'impuretés (acide phosphorique, alumine, fer), sont envoyés dans le saturateur, mélangés au jus de citron, saturés au carbonate de chaux et transformés en citrate de chaux qui rentre en fabrication.

CHAPITRE VIII

TRAITEMENT DES GRANULÉS

Granulé de première. — Le granulé de *première* provient de l'évaporation des liquides de décomposition du citrate, et quelquefois de la dissolution du granulé de deuxième, si celui-ci n'avait pas été jugé assez propre pour être mélangé directement à celui de *première*.

On le redissout, décolore, purifie et traite par l'acide sulfhydrique. Il sert pour la cristallisation du produit commercial.

Granulé de deuxième. — Il provient de l'égout et du lavage de l'acide cristallisé à la turbine qui ont été mélangés à l'eau-mère et à l'égout de la turbine du granulé de première.

Il est généralement assez propre et bon pour être joint à celui de première. Mais, s'il était trop coloré, on en ferait la dissolution et, par une nouvelle concentration, on le transformerait en granulé de première.

Souvent on fait un granulé qui peut être assimilé à celui de deuxième en dissolvant et concentrant à nouveau le granulé de troisième et de quatrième.

Granulés de troisième et de quatrième. — Celui de troisième provient de l'eau-mère, l'égout et le lavage du granulé de deuxième, et aussi de l'eau-mère et le lavage à la turbine (mais non à l'égout) du granulé de troisième d'une précédente opération.

Le granulé de quatrième provient de l'égout de la turbine du granulé de troisième.

Ces deux granulés, dissous, décolorés et filtrés, donnent après concentration un granulé qui est considéré de même qualité que celui de deuxième, lequel, suivant son apparence, peut être mélangé à celui de première ou redissous une autre fois. Ces divers traitements des eaux-meres, des eaux de turbinage et des granulés n'ont rien d'absolu et peuvent varier suivant les circonstances et la marche de la fabrication.

Mais, en marche normale, cette manière d'opérer donnera de bons résultats.

QUATRIÈME PARTIE

FONCTIONNEMENT ET CALCUL DES APPAREILS

CHAPITRE PREMIER

DÉTAILS ET RENDEMENTS

Saturateurs de jus de citron. — Ces saturateurs sont en pitchpin avec des douelles de $0^m,07$ d'épaisseur. Ils portent une doublure intérieure en plomb de 8 millimètres d'épaisseur. L'agitateur central est entièrement en bois de pitchpin. L'arbre est en deux pièces de $0^m,12 \times 0^m,22$. Les traverses supérieures et inférieures doubles ont chacune $0^m,14 \times 0^m,10$, et les barreaux pincés entre ces traverses et placés diagonalement ont $0^m,045 \times 0^m,045$ avec un écartement de $0^m,15$ entre axes. L'assemblage est renforcé par des boulons en métal blanc de diamètre 22 millimètres.

L'agitateur fait 12 tours par minute :

Train d'engrenage (rapport 1/4). Roue........	diamètre	850	milimètres
Tuyau plomb amenant le jus de citron........	—	60	—
— vapeur et barboteur....................	—	40	—
— eau de dilution........................	—	40	—
— coulage masse saturée..................	—	80	—

La capacité totale d'un saturateur doit être au maximum 8 fois le volume de jus à saturer en une opération ou 20 fois la quantité d'acide à saturer.

Pour un saturateur devant traiter deux fûts de jus de 560 litres chacun, la capacité sera d'environ 8.500 à 9.000 litres.

Le jus de citron est dilué avec 2,5 fois son volume d'eau ou petits jus de lavage et la masse totale de la saturation doit remplir seulement la moitié de la hauteur des saturateurs.

La saturation d'un fût de jus concentré de 560 litres exige moyennement quatre sacs ou 200 kilogrammes de carbonate de chaux, et rend 850 kilogrammes de citrate humide à 60 0/0 d'eau ou 350 kilogrammes de citrate sec correspondant à 220 kilogrammes d'acide citrique cristallisable.

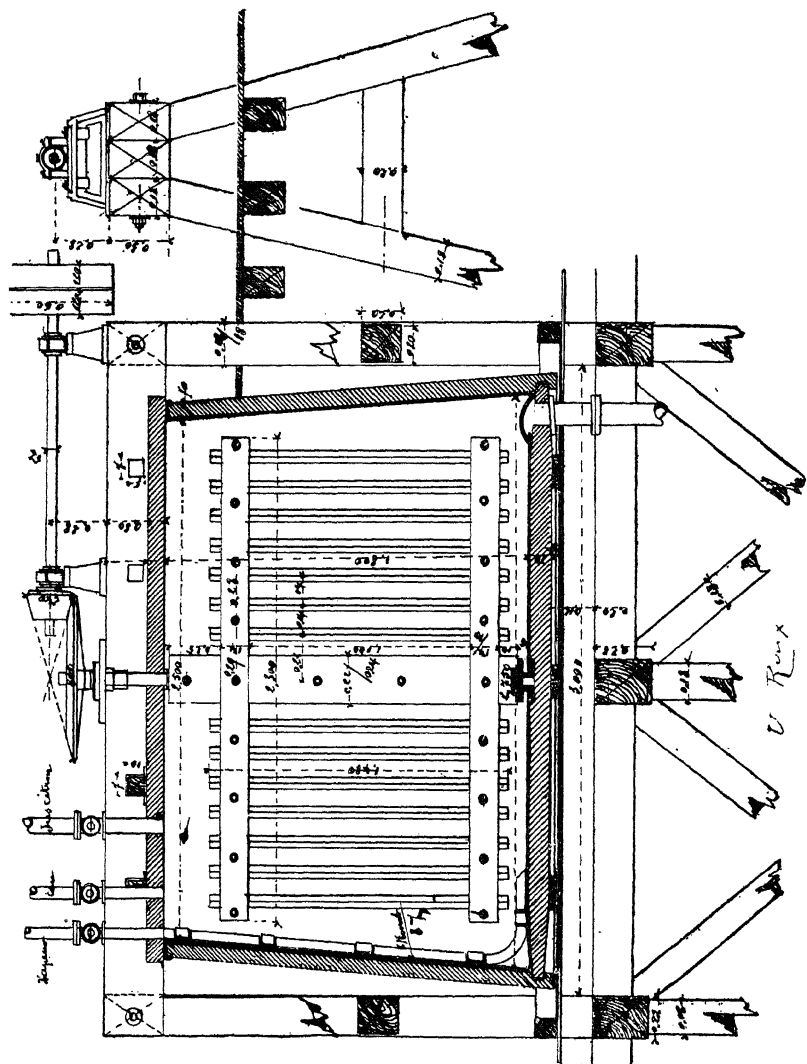



FIG. 90. — Saturateur du jus de citron.

Caisses à citrate (Voir *fig.* 70, p. 252). — Elles sont en bois de $0^{m},03$ d'épaisseur et garnies intérieurement de plomb de 1 millimètre et demi.

Elles ont pour dimensions $3^{m},300 \times 1^{m},300$ et $0^{m},400$ de hauteur et reposent sur les chevalets de $0^{m},350$.

Une grille filtrante en bois repose librement sur des chevrons posés sur le fond de la caisse. Cette grille est faite de lames de parquet de $0^m,110 \times 0^m,035$ rainées sur toute leur longueur et percées de trous de 7 à 8 millimètres. L'écartement des files de trous est de $0^m,300$ à $0^m,400$; la première file commence à $0^m,100$ de l'extrémité de la grille. Le dessus de la grille est recouvert d'une toile écrue, encadrée par des lames minces de bois clouées sur champ et tout autour du plancher filtrant.

Chaque caisse est munie d'un robinet de 20 millimètres qui distribue l'eau chaude pour le lavage du citrate. Les eaux de lavage s'écoulent dans une nochère simple de $0^m,200 \times 0^m,130$ en bois, doublée de plomb, qui les conduit dans un réservoir où elles sont reprises par un monte-jus ou une pompe qui les envoie dans un saturateur pour y être saturées à fond.

La durée d'une toile filtrante est d'environ vingt opérations. Une caisse à citrate de dimensions comme celles décrites ci-dessus contient 600 kilogrammes de citrate à 60 0/0 d'humidité, soit 240 kilogrammes de citrate sec, correspondant à 160 kilogrammes d'acide citrique.

Cuves à décomposition (*fig.* 69). — Ces cuves sont entièrement en bois de pitchpin de $0^m,07$ avec doublure intérieure en plomb de 8 millimètres. Elles portent un agitateur en bois exactement semblable à celui des saturateurs, un barboteur de vapeur de 40 millimètres amenant les petits jus de dilution et l'acide sulfurique pour la décomposition. Le volume total en litres d'une décomposition comprenant l'acide, l'eau de dilution et la condensation de la vapeur est d'environ 7 à 8 fois le poids d'acide citrique qu'elle contient. La capacité totale exprimée en litres d'une cuve à décomposition est de 1,5 fois le volume du produit de cette décomposition ou 12 fois le poids d'acide citrique contenu dans la charge décomposée.

Le produit de la décomposition occupe environ $\frac{2}{3}$ de la hauteur de la cuve. Lorsque la disposition des lieux empêche de couler directement dans les caisses à sulfate, on envoie au moyen d'une pompe la charge dans un récipient plombé qui sert de distributeur.

La décomposition du citrate provenant de sept caisses, soit :

$$7 \times 160 = 1.120 \text{ kilogrammes d'acide citrique,}$$

donnera 9.000 litres de liqueur de premier jet et d'eau de lavage forte dont l'ensemble titre 10-12° B. ou 130 grammes d'acide citrique par litre.

Pour une décomposition de six à sept caisses ou 4.000 kilogrammes de citrate humide, on met 1.000 litres ou 1.400 kilogrammes d'acide sulfurique à 58° B., 5.000 litres de petit jus, 3 kilogrammes de prussiate et 30 kilogrammes de noir. La température varie de 56 à 57° C.

Caisses à sulfate. — Ces caisses sont exactement semblables comme disposition et dimensions à celles employées pour le citrate (*fig.* 70).

La nochère d'écoulement des liquides filtrés est divisée par une cloison qui forme deux compartiments dont l'un sert pour conduire les liquides de premier jet et les lavages forts dans la grande caisse des liquides à évaporer, et l'autre pour les liquides faibles au-dessous de 4° B. L'ajutage de sortie du liquide des caisses porte un manchon en caoutchouc qui permet de placer le tuyau d'écoulement dans l'un ou l'autre de ces compartiments de la nochère.

Une caisse à sulfate suffit pour la décomposition d'une caisse et demie de citrate de mêmes dimensions. Elle correspond à une production de 220 à 240 kilogrammes d'acide citrique.

La caisse qui reçoit les liquides filtrés est en bois et mesure $4^m \times 4^m \times 0^m,500$ de hauteur. Sa charpente est composée de deux cadres de pitchpin de $0^m,08 \times 0^m,10$ reliés par quatre montants d'angles de $0^m,15 \times 0^m,08$ et douze montants latéraux de $0^m,10 \times 0^m,08$. Les planches des parois ont $0^m,03$, celles du fond $0^m,04$ d'épaisseur ; tout l'intérieur est doublé en plomb de 2 millimètres. Cette caisse est divisée en trois compartiments : le premier, ayant une largeur de $0^m,75$, reçoit les eaux de lavage faibles et communique par un tuyau de plomb avec la cuve à décomposition. Le deuxième compartiment a une largeur de $1^m,25$; il reçoit les liquides de premier jet ainsi que les eaux de lavages fortes. Ce deuxième compartiment communique avec le troisième au moyen de deux orifices placés à la partie supérieure de la cloison divisoire. Le sulfate de chaux entraîné par les liquides filtrés se dépose ainsi avant de pénétrer dans le troisième compartiment, où vient puiser le tuyau d'aspiration des appareils à évaporer.

Appareils à évaporer dans le vide. — Ils sont de trois modèles différents, suivant leur destination :

1° Appareil évaporateur (*fig.* 71 à 73) avec deux serpentins concentriques ;

2° Appareil à granuler (*fig.* 74 à 76) avec un serpentin latéral continué en colimaçon sur le fond ;

3° Appareil pour liquides blanc à cristalliser (*fig.* 91 à 93) avec un seul serpentin à colimaçon placé sur le fond.

Ces appareils sont en plomb durci à 8 0/0 d'antimoine. L'épaisseur des parois varie de 30 à 40 millimètres. Les serpentins en plomb avec âme en cuivre sont supportés par des sommiers à crans en plomb durci.

Les serpentins ont pour diamètre :

72×84 millimètres dans l'appareil à évaporer ;
45×60 — — à granuler ;
35×47 — — des liquides blancs à cristalliser

Les entrées et sorties de vapeur ont 40 millimètres de diamètre. Les valves de charge et de décharge en plomb durci avec membrane en caoutchouc ont respectivement des diamètres de 50 et 70 millimètres.

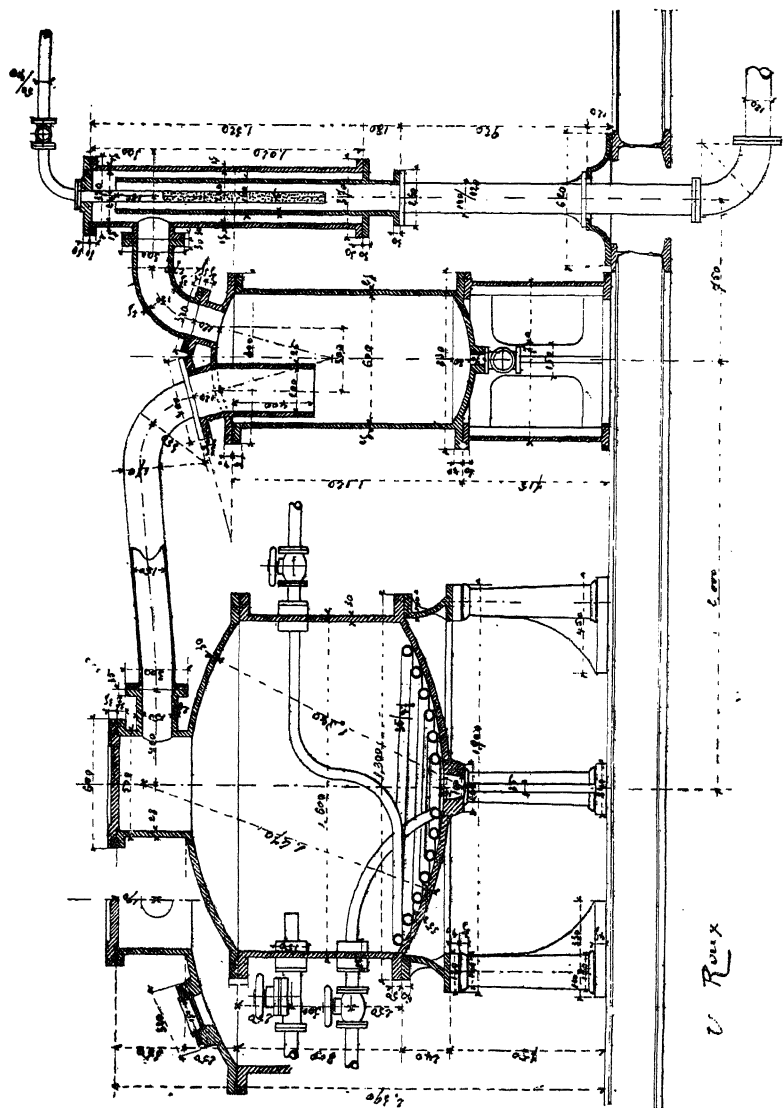



Fig. 91. — Appareil des blancs.

Les brise-mousse ont pour diamètre $0^m,600$ et pour hauteur $1^m,100$ et les condenseurs, s'ils sont à mélange, ont pour diamètre 240 millimètres et pour hauteur 1 mètre avec tube intérieur de 120 millimètres.

Ces appareils sont munis d'un trou d'homme fermé par un couvercle maintenu au moyen d'un chevalet en fer avec barre et vis de pression.

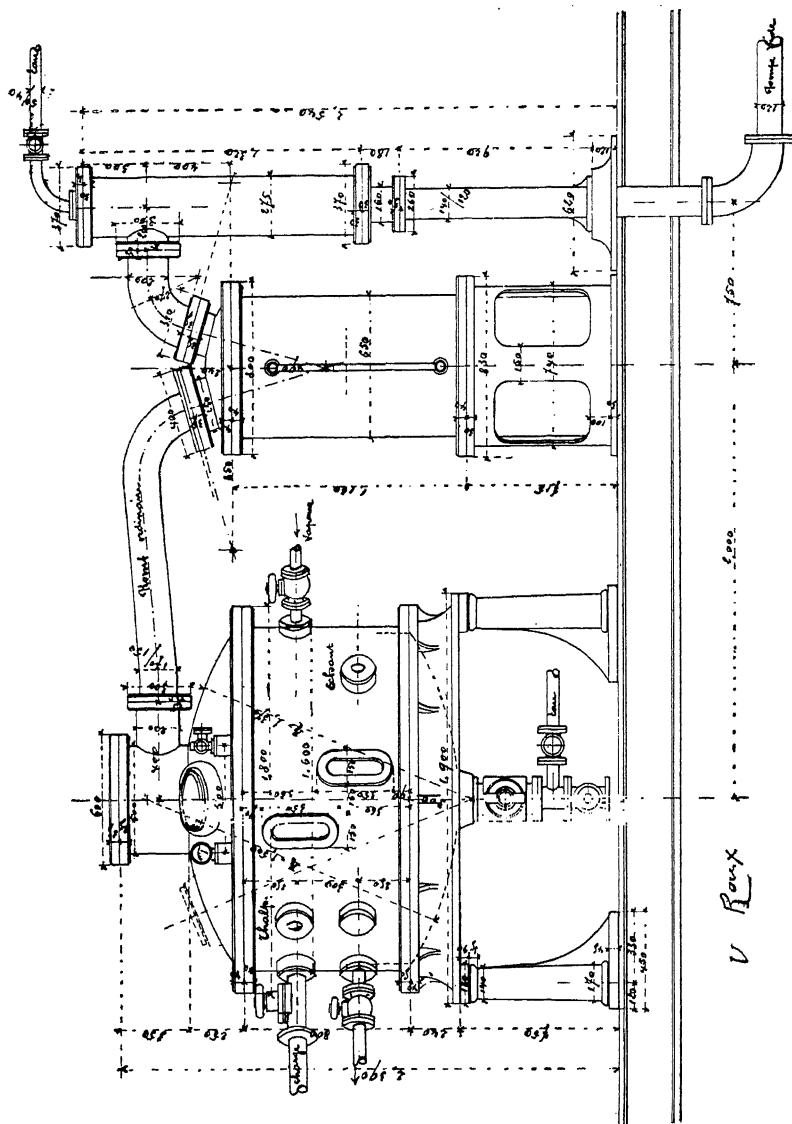



Fig. 92. — Appareil des blancs.

Le serrage des boulons d'assemblage des diverses pièces en plomb durci se fait sur les cercles de fer plat servant de contre-brides.

On compte que 1 kilogramme de vapeur évapore 1 kilogramme d'eau ;

mais, pour compenser les pertes provenant de la condensation dans les conduites, mieux vaut compter 1 kg,2 de vapeur par kilogramme d'eau à évaporer.

Pratiquement on peut admettre une évaporation de 40 à 50 kilo-

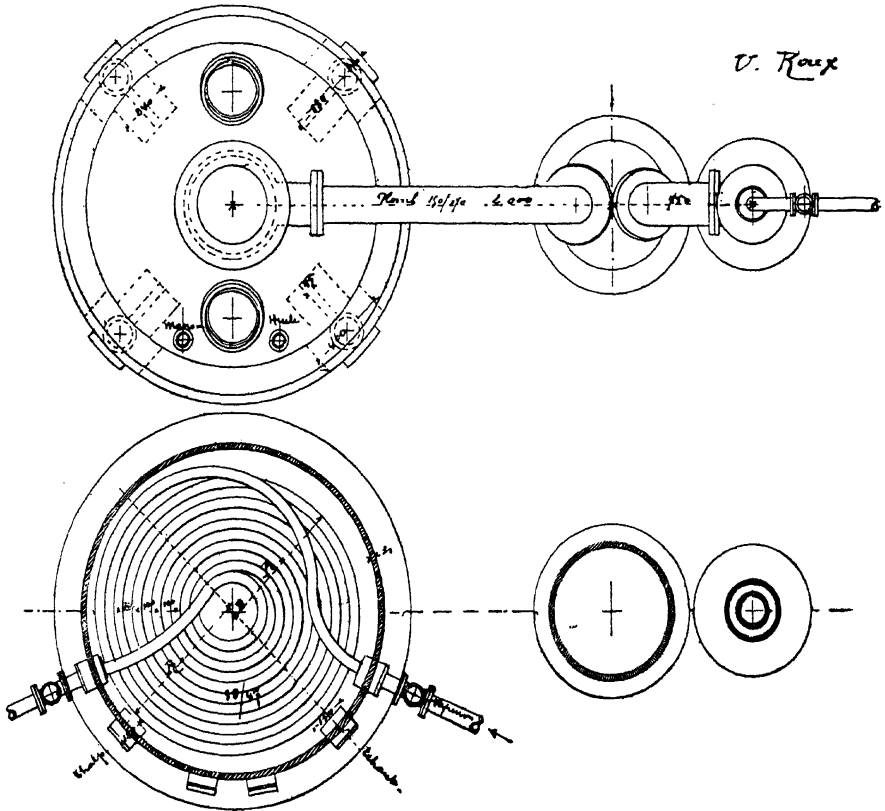



FIG. 93. — Appareils des blancs.

grammes d'eau par mètre carré de serpentin et par heure avec vapeur à 3 ou 4 atmosphères.

La hauteur de la partie cylindrique de l'évaporateur égale les $\frac{4}{5}$ du diamètre de la chaudière.

Cette même hauteur du corps cylindrique dans les appareils à granuler et celui des liquides blancs pour cristalliser n'est plus que la moitié du diamètre de la chaudière.

Le produit d'une décomposition de citrate correspondant à 1.100 kilogrammes d'acide citrique est d'environ 9.000 litres.

Pour concentrer la liqueur à 28° B., on doit évaporer 7.000 kilogrammes d'eau dans l'évaporateur.

De plus, pour retirer de cette liqueur concentrée le granulé qui correspond à cette production de 1.100 kilogrammes d'acide cristallisé, on devra lui enlever encore 2.000 kilogrammes d'eau par évaporation.

On compte également 2.000 kilogrammes la quantité d'eau à enlever par évaporation à la liqueur blanche pour l'amener au point de concentration convenable pour sa cristallisation.

On obtiendra des appareils de grandeur et dimensions très pratiques en comptant des surfaces de serpentins de

10 mètres carrés pour l'évaporateur;
6 — — les appareils à granuler;
3 — — l'appareil des liquides blancs.

La puissance évaporatoire de ces appareils par heure est respectivement de 600, 360 et 180 kilogrammes d'eau.

Ils ont pour dimensions principales :

Évaporateur :

Diamètre	1m,700
Hauteur de la partie cylindrique	1m,400

Appareils à granuler et des liquides blancs :

Diamètre	1m,700
Hauteur de la partie cylindrique	0m,800

Il est nécessaire de brancher un tuyau d'eau sur la valve de vidange des appareils à granuler afin de dégorger cette valve quand elle est obstruée ce qui se produit fréquemment, surtout quand la concentration est poussée trop loin.

Voici les rendements de ces divers appareils :

Evaporateur. — Une opération traite 4.500 litres de liqueur à 10-12°B. que l'on prend en deux ou trois charges. Le volume du liquide concentré à 28° est de 1.100 litres; l'eau évaporée, 3.500 litres, et la durée de l'opération $\frac{3.500}{600} = 6$ heures.

Appareil à granuler. — Aspire d'abord une charge d'environ 0m,60 de hauteur; on recharge par petites quantités à mesure de la réduction du liquide. Une opération traite 2.200-2.400 litres de liquide à 28° et rend 1.000 litres de masse concentrée qui remplit une caisse et donne 700 kilogrammes de granulé essoré.

Eau évaporée 1.100 litres ; durée de l'opération $\frac{1.100}{360} = 3$ heures.

Appareil blanc. — Une opération traite environ 800-850 litres de liquides de dissolution à 28° B. et rend 500 litres de blanc à 36°B. Cette masse remplit soixante terrines qui donnent 225 kilogrammes d'acide cristallisé. Mais on doit retrancher environ 25 0/0 de criblures à refondre, et le rendement en acide emballé est de 170 kilogrammes pour une opération. Eau évaporée 300 litres ; durée d'une opération $\frac{300}{180} = 1$ heure trois quarts ou 2 heures.

Pour 1.000 kilogrammes d'acide emballé, on doit compter une évaporation totale de 12.000 kilogrammes d'eau dans les divers appareils.

Condenseurs. — On peut choisir entre deux systèmes de condenseurs : le condenseur à mélange ou le condenseur barométrique.

a) *Condenseur à mélange.* — Il est semblable aux condenseurs des machines à vapeur dans lesquels la pompe à vide aspire et expulse le mélangé d'air et des produits de la condensation. La pompe est appelée pompe à air humide (*fig.* 94).

Ces condenseurs sont d'une installation facile et peu encombrants.

Pratiquement, pour 1 kilogramme d'eau à évaporer par heure, on peut compter une consommation de 30 kilogrammes d'eau de condensation prise à 20° et sortant du condenseur à 40° de température.

La pompe à vide devra développer un volume de $0^{m^3},360$ et la force motrice en chevaux-vapeur à fournir à la courroie commandant la pompe à vide sera de 0,01 par kilogramme d'eau à évaporer par heure.

b) *Condenseur barométrique..* — Ces condenseurs sont placés à une hauteur minimum de $10^m,50$ au-dessus du sol pour que l'eau puisse s'écouler librement par un tube qui sert de support. La pompe aspire seulement l'air dissous dans l'eau ou celui qui pénètre par les joints de l'appareil ou les presse-étoupes de la pompe.

Cette pompe est appelée pompe à air sec.

Les condenseurs barométriques n'aspirant pas le produit de la condensation ont des pompes à air de dimensions plus réduites et par conséquent d'un prix moins élevé que celles à air humide. Conséquemment la dépense de force motrice est moindre et la consommation d'eau égale environ les deux tiers de celle nécessaire pour les condenseurs à mélange. En plus de ces avantages, ces condenseurs fournissent aux appareils à évaporer un vide plus élevé.

Pratiquement, pour 1 kilogramme d'eau à évaporer par heure, on peut compter avec un condenseur barométrique : 20 kilogrammes pour la consommation d'eau de condensation, $0^{m^3},200$ pour le volume que devra

développer la pompe à air par heure et 0,005 la force en chevaux-vapeur à fournir sur la courroie de la pompe à vide.

Habituellement, pour les installations d'une certaine importance on

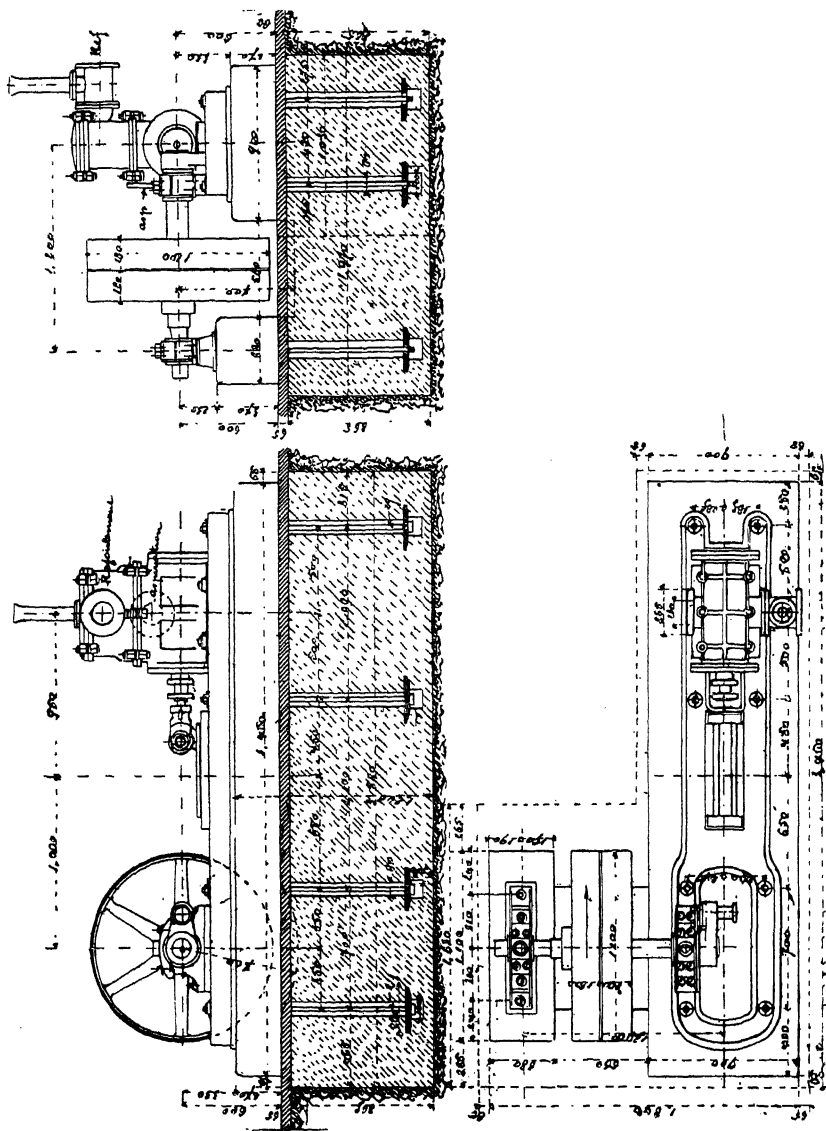



Fig. 94. — Pompe à air humide.

installe un condenseur central ayant une seule pompe à vide qui dessert plusieurs appareils à évaporer.

Caisses à granulé. — Elles sont en bois de 32 millimètres, doublées de plomb de 4 millimètres, ayant pour dimension 3^{m},300 × 1^{m},300, hauteur 0^{m},330. Le granulé y séjourne trente-six heures avant d'être turbiné.

Normalement, une caisse suffit pour recevoir une opération de l'appareil à granuler, soit 1.250 litres qui donnent 700 kilogrammes de granulé turbiné et séché et environ 700 litres d'eaux-mères.

Essoreuses centrifuges. — Pour la commodité de la charge et de la décharge, elles doivent avoir le dessus du panier complètement libre. C'est pourquoi on choisit de préférence les turbines commandées pardessous. La figure 80, page 266, représente le modèle Burghart, de Mulhouse. Le panier est en cuivre rouge, son diamètre est habituellement de 0^{m},800. On place à portée des turbines un tuyau d'eau qui se continue par un tube en caoutchouc servant à laver la matière.

Deux citernes sont ménagées à proximité de la batterie de turbines. Ces citernes sont fermées par des couvercles en bois.

La première citerne reçoit l'égout et l'eau de lavage de l'acide cristallisé, plus l'égout (mais non l'eau de lavage) du granulé de *première*. Ces liquides sont envoyés à la cuve à dissolution des produits secondaires pour former le granulé de *seconde*.

La deuxième citerne reçoit l'eau de lavage du granulé de première, l'égout et l'eau de lavage du granulé de *seconde*, qui donnent après leur dissolution du granulé de troisième.

L'égout de troisième est reçu dans un seau et accumulé dans une caisse pour en faire un granulé de quatrième.

L'égout de quatrième est également reçu dans un seau et porté au saturateur. Le tuyau d'écoulement des turbines du blanc et des granulés de première et de deuxième est fixe et vient déboucher dans une nochère qui conduit le liquide dans la citerne qui lui est destinée; celui des granulés de troisième et quatrième est muni d'un raccord flexible en caoutchouc de façon à pouvoir envoyer le liquide dans la citerne ou le recevoir dans un seau.

Les turbines marchent à une vitesse de 1.000 à 1.000 tours par minute. On les charge avec 70 kilogrammes de matière.

La puissance absorbée pendant le démarrage et l'accélération est de 4 chev.; cette force pendant la pleine vitesse n'est plus que de 1/2 à 2 chev.

Une batterie de cinq turbines suffit pour les cristaux blancs et les divers granulés correspondant à une production journalière de 1.000 kilogrammes d'acide commercial ; mais il sera toujours prudent d'en ajouter une de rechange pour les cas de réparation.

La toile filtrante placée à l'intérieur du panier est en fil de cuivre

rouge à mailles serrées, dite toile rosette. Elle est écartée de le paroi par une contre-toile à grandes mailles simples qui forme sommier et facilite l'écoulement du liquide.

Cuves à dissolution. — Elles sont en bois, doublées de plomb de 5 millimètres :

Diamètre inférieur	$2^m,100$
— supérieur	$1^m,900$
Hauteur	$1^m,500$
Volume	4.000 litres

On doit en prévoir deux, une pour les granulés de première et de deuxième, l'autre pour ceux de troisième et quatrième. Ces cuves sont munies d'un barboteur de vapeur en plomb de 30 millimètres et d'un tuyau d'eau de 40 millimètres. Tuyau d'arrivée des liquides des eaux-mères, 40 millimètres. Elles sont en communication chacune avec une pompe à membrane dont les tuyaux d'aspiration et de refoulement portent une culotte avec robinets permettant soit de charger la cuve avec de l'eau-mère, soit de faire le mélange bien intime du liquide avec les divers réactifs, au moyen de transvasements de bas en haut de la cuve, soit enfin d'envoyer, après l'opération, la charge dans la cuve à anhydride sulfhydrique, si c'est une dissolution de granulé de première, ou dans les cuves des liquides à filtrer, si la dissolution est faite de granulé secondaire.

Pour une dissolution de première, on met d'abord dans la cuve $0^m,30$ à $0^m,35$ (1.200 litres) d'eau, puis la vapeur, 50 kilogrammes de noir en pâte et l'eau-mère de 150 à 200 terrines de cristallisation. On y ajoute enfin le granulé de trois caisses, et finalement une quantité d'eau convenable pour que la solution marque 28° B. à chaud.

Une dissolution de troisième ou de quatrième se fait seulement à la concentration de 20-25°; on verse une seule caisse de granulé et on ajoute tous les liquides de lavage.

Une dissolution de blanc donne environ 3.500 litres de liqueur et fournit quatre opérations à l'appareil à évaporer des blancs.

Cuve à hydrogène sulfuré. — Elle est en bois, doublée de plomb de 3 millimètres de mêmes dimensions que les cuves à disolutions.

Le gaz sulfhydrique est amené par un tuyau de plomb de 15 millimètres de diamètre qui se raccorde à un fer à cheval de même diamètre persillé de trous, posé sur le fond de la cuve et faisant l'office de barboteur.

Le liquide de dissolution de première est soumis pendant trente minutes au barbotement du gaz. Il est envoyé ensuite dans un filtre-presse et finalement aspiré par l'appareil des blancs.

Fig. 95. — Générateur à hydrogène sulfuré.

La cuve à hydrogène sulfuré est fermée hermétiquement par un couvercle en bois sur lequel sont posés deux tuyaux servant à conduire hors de l'atelier l'excédent du gaz sulfhydrique.

Pour la préparation du gaz sulfhydrique, on se sert d'une tourie en grès avec tubulures, que l'on charge de sulfure de fer et dans laquelle on fait arriver de l'acide sulfurique étendu ou de l'acide chlorhydrique. Le gaz s'échappe par une tubulure à laquelle est fixée l'extrémité d'un tuyau de plomb qui aboutit au fer à cheval ou barboteur de la cuve.

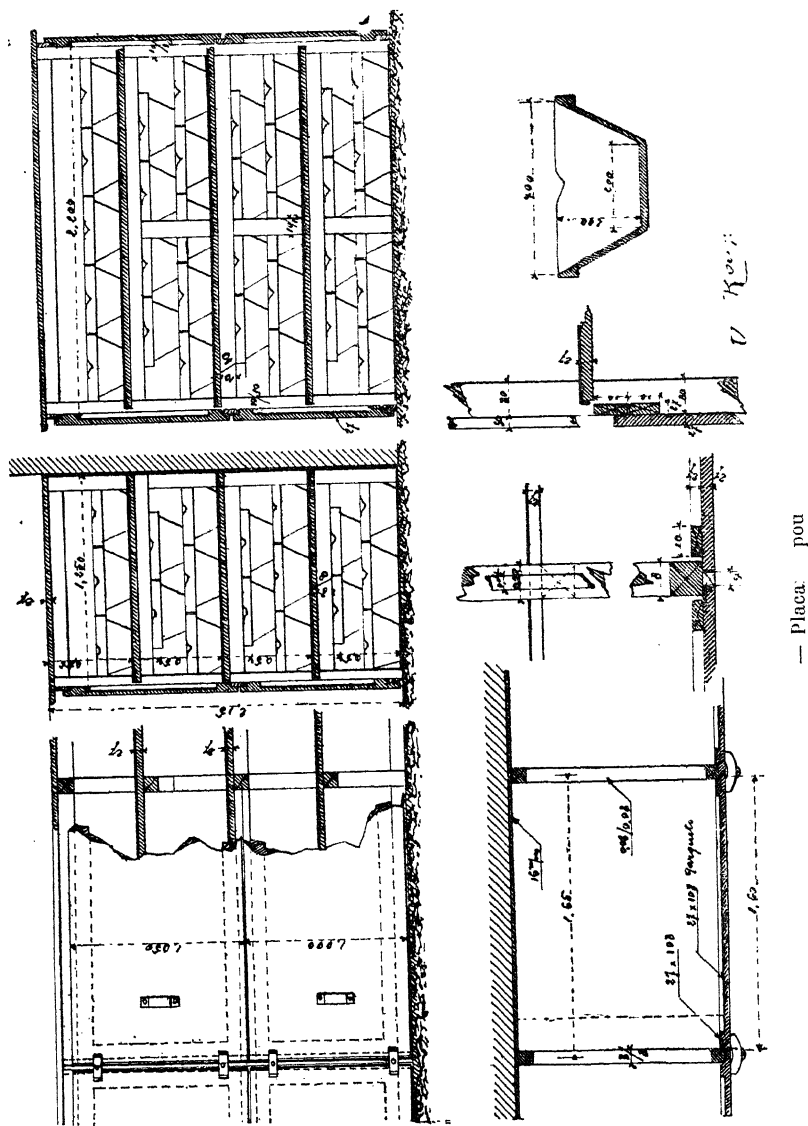
Filtres-presses. — Ces filtres servent pour les liquides de dissolution des granulés avant leur concentration. Ils sont composés de deux plateaux extrêmes en fonte, dont l'un est fixe et monté sur pieds et l'autre mobile, et de vingt-quatre éléments en bois de pitchpin de $0^{m},800 \times 0^{m},800$. Le serrage de l'ensemble se fait au moyen d'une vis centrale manœuvrée à l'aide d'un volant.

Ces filtres sont du système dit *à chambres*, c'est-à-dire que l'espace réservé au tourteau est formé par les rebords saillants de deux plateaux voisins. Cet espace est d'environ 16 millimètres. Les serviettes filtrantes, en tissu de poils de chameau, sont maintenues et serrées au moyen d'écrous creux en bronze. Le liquide entre par le centre et passe à travers ces écrous; il traverse ensuite les serviettes, ruisselle le long d'une série de cannelures verticales ménagées sur les deux faces des plateaux de bois, et vient se réunir dans un petit canal qui existe dans la traverse inférieure, d'où il s'écoule dans une nochère en bois doublée de plomb. L'étanchéité entre deux plateaux est assurée par les serviettes qui forment joint.

Chaque filtre a une surface filtrante de 20 mètres carrés. Le volume total du tourteau est de 150 litres. Le poids de la partie métallique d'un filtre est de 900 kilogrammes sans plaque de fondation et 1.200 kilogrammes avec la plaque.

Une aire inclinée en bois, doublée de plomb, recueille le lavage des plateaux qui est envoyé dans la cuve à dissolution de troisième et de quatrième.

Pour une production journalière de 1.000 kilogrammes, on prend une batterie de six filtres, soit :

a) Deux filtres pour liquides concentrés dans l'évaporateur ;

b) Deux filtres pour liquides blancs après traitement par l'hydrogène sulfuré ;

Deux filtres pour liquides de dissolutions granulés secondaires.

Quatre bacs en bois doublés de plomb sont placés à la partie supérieure du bâtiment pour l'alimentation des filtres *a* et *c*.

L'alimentation des filtres *b* se fait directement par les cuves à hydrogène sulfuré.

La nochère des filtres *b* conduit le liquide filtré dans une petite chambre en communication avec une grande caisse de $2^m \times 2^m \times 0^m,70$ de hauteur où ce liquide est repris par l'appareil à évaporer des blancs. Cette chambre communique aussi au moyen d'un tuyau avec la cuve à dissolution des troisième et quatrième, de façon à pouvoir envoyer dans cette cuve les liqueurs qui, par suite d'un accident de toile pourraient devenir troubles et risqueraient de souiller le liquide blanc.

Les liqueurs filtrées provenant du liquide concentré ou des dissolutions des granulés secondaires sont reçues dans des cuves ou des caisses plombées d'une capacité de 5.000 à 6.000 litres.

Cristallisoirs. — On emploie comme cristallisoirs des terrines de grès vernissées d'environ 8 à 10 litres de capacité que l'on renferme dans des armoire simples si elles sont adossées à un mur, doubles si elles sont isolées.

Les armoires simples ont $2^m,200$ de hauteur et $1^m,250$ de largeur. Les doubles ont $2^m,200$ de largeur. Au moyen de chevalets en bois de $0^m,08 \times 0^m,08$ ou $0^m,10$ espacés de $1^m,70$ on forme quatre étages.

Fig. 97. — Terrine-cristallisoir.

Ces armoires sont fermées au moyen de panneaux mobiles maintenus par des loquets en bois.

On loge quarante-cinq terrines dans 1 mètre courant de placards simples et quatre-vingts dans 1 mètre de placards doubles.

Vingt-huit terrines rendent 100 kilogrammes d'acide cristallisé ; mais il convient de tenir compte du 25 0/0 de cribures à repasser, et on devra compter trente-cinq terrines pour 100 kilogrammes d'acide emballé.

Pour une production journalière de 1.000 kilogrammes d'acide emballé, on videra trois cent cinquante terrines. En comptant quatre jours de cristallisation et un jour pour vider et rincer les terrines, le nombre total de terrines en service sera de :

$$350 \times 5 = 1;750,$$

que l'on logera dans :

$$\frac{1.750}{45} = 40 \text{ mètres de placards simples}$$

ou

$$\frac{1.750}{80} = 22 \text{ mètres de placards doubles.}$$

Pour évacuer la vapeur d'eau qui se dégage des terrines, on doit ménager quelques cheminées qui communiquent avec tous les étages.

Enfin, il sera nécessaire de prévoir l'installation d'un petit calorifère pour l'hiver et d'un système d'aération pour l'été, afin d'avoir dans la salle de cristallisation une température constante d'environ 16° C.

Pompes et monte-jus. — Les monte jus en plomb durci seront employés avantageusement : 1° pour envoyer le jus de citron dans les saturateurs ; 2° pour monter dans un bac supérieur gradué l'acide sulfurique qui servira à la décomposition du citrate ; 3° pour envoyer l'acide chlorhydrique dans les cuves de lavage du noir. On pourra aussi adopter des monte-jus en cuivre pour envoyer au saturateur les eaux de lavage du citrate. On se servira d'une pompe en métal blanc avec soupapes à boulets pour envoyer le produit de la décomposition dans le bac distributeur des caisses à sulfate :

Diamètre........................	120 millimètres
Course..........................	400 —
Tours...........................	35 par minute.

Pour les autres mouvements de liquides, petits jus de lavage du sulfate, liquides de dissolution des granulés de troisième et quatrième, etc., on adoptera les pompes à membrane de caoutchouc avec corps supérieur en fonte et corps inférieur en plomb antimonié. Ces pompes ont pour dimensions :

Diamètre........................	100 millimètres
Course..........................	160 —
Tours...........................	50 par minute.

Dans ce système de pompes, le piston plongeur se meut dans une chambre pleine d'eau qui est terminée par une membrane flexible en caoutchouc dont la face extérieure est seule en contact avec le liquide à transporter.

Suivant que le piston aspire ou refoule l'eau contenue dans la chambre, la membrane se dilate ou se contracte et transmet les variations de pression au liquide qui est ainsi aspiré, puis refoulé.

Les soupapes de ces pompes sont généralement à boulets de caoutchouc avec âme métallique.

CHAPITRE II

LIQUIDES INTRODUITS EN FABRICATION

Saturation. — Pour une production journalière de 1.000 kilogrammes d'acide emballé, et en tenant compte des pertes de fabrication, nous devrons traiter une quantité de matières premières correspondant à 1.100 kilogrammes d'acide.

Si on travaille les jus de citron concentrés, on devra prévoir la saturation de cinq fûts par jour, puisqu'un fût de 560 litres contient 220 kilogrammes d'acide cristallisable. Le volume total de liquide résultant de la saturation sera :

Jus de citron, 560 × 5......................	2.800 litres
Eau ou petits jus pour la dilution, 2.800 × 2,5	7.000 —
Condensation du barboteur à vapeur.........	1.200 —
TOTAL.............	11.000 litres

soit 11.000 litres pour un rendement de 4.250 kilogrammes de citrate à 60 0/0 d'humidité occupant sept caisses à citrate.

L'eau retenue par ce citrate sera :

$$4250 \times 0,6 = 2.550 \text{ kilogrammes,}$$

et le liquide de premier jet aura un volume de :

$$11\,000 - 2550 = 8.450 \text{ litres.}$$

Les huit lavages d'une caisse à citrate demandent 2.000 litres d'eau, soit 14.000 litres pour les sept caisses. On enlèvera 7.000 litres de ce liquide pour diluer une saturation suivante, et le liquide total que l'on devra saturer à fond sera de :

$$(8450 + 14000) - 7000 = 15.450 \text{ litres.}$$

Décomposition du citrate. — Le liquide de la décomposition des 4.250 kilogrammes de citrate aura pour volume :

Eau retenue par le citrate....................................	2.550 litres
1.200 kilogrammes d'acide sulfurique à 58°....................	700 —
Eau ou petits jus pour dilution de l'acide sulfurique, 700 × 6 ..	4.200 —
Condensation de la vapeur de chauffage	1.100 —
Environ...........	8.550 litres

La charge prend cinq caisses à sulfate. Le sulfate de chaux retenant 70 0/0 d'eau, soit en totalité 3.000 litres, la liqueur citrique de premier jet représentera un volume de :

$$8500 - 3000 = 5.500 \text{ litres.}$$

Les dix lavages d'une caisse à sulfate exigent 2.000 litres d'eau, soit 10.000 litres pour les cinq caisses à sulfate. On prélève de cette quantité 3.500 litres d'eaux fortes supérieures à 4° B. pour les mélanger aux 5.500 litres de liquide de premier jet. On a donc un volume total de :

$$5500 + 3500 = 9.000 \text{ litres}$$

à 12° B. environ qui seront pris par les appareils à évaporer. Il restera par conséquent :

$$10000 - 3500 = 6.500 \text{ litres de petits jus,}$$

dont 4.200 serviront pour diluer l'acide sulfurique employé dans la décomposition et 2.300 pour le premier lavage du sulfate de chaux des opérations suivantes.

CHAPITRE III

ÉVAPORATIONS

Concentration. — Les 9.000 litres de liqueur provenant de la décomposition du citrate pèsent environ 12° B. et renferment de 125 à 130 grammes d'acide citrique par litre. Leur densité est de 1,100 environ.

Ils doivent être concentrés à 28° B. (densité 1,240) et contiendront alors 450 à 500 grammes par litre d'acide citrique.

L'eau à évaporer dans cette opération se détermine ainsi :

Poids des 9.000 litres de liqueur à 1,10 de densité		9.900kg
Poids de l'acide dissous à 125 grammes par litre : 9.000 × 0,125...		1.120
Eau contenue dans la liqueur à 12°		8.780
Volume de la charge concentrée à 28° (densité 1,24) et contenant 500 grammes d'acide par litre : $\frac{9000 \times 125}{500} = 2.250$ litres.		
Poids de cette charge concentrée à 1,24 : 2.250 × 1,24.	2.790kg	
Poids de l'acide dissous : 2.250 × 0,500..............	1.120	
Eau contenue dans la liqueur à 28° B..............................		1.670
Total de l'eau à évaporer pour porter les 9.000 litres de liqueur de 12° à 28° B..		7.110kg

Granulation. — La liqueur concentrée à 28° B. dans l'évaporateur est reprise par l'appareil à granulé qui pousse la concentration jusqu'à 45-50° B. (densité 1,400), contenant environ 900 grammes d'acide par litre.

Eau contenue dans les 2.250 litres de la liqueur concentrée à 28° B. (voir ci-dessus)..		1.670kg
Volume de la charge concentrée à 45-50° B : $\frac{2250 \times 500}{900} = 1.250$ lit.		
Poids de la charge : 1.250 × 1,4	1.750kg	
Poids de l'acide : 1.750 × 0,900	1.120	
Eau contenue dans la liqueur à 45-50° B.		630
Total de l'eau à évaporer................		1.040kg

La charge concentrée est donc réduite à 1.250 litres. Elle occupe une caisse à granulé et donne 700 kilogrammes de granulé turbiné et séché.

Il reste environ 800 litres d'eaux-mères renfermant :

$$1120 - 700 = 420 \text{ kilogrammes d'acide,}$$

soit 500 grammes par litre.

Ces eaux-mères (voir p. 399) sont diluées à 20-25°, puis décolorées et concentrées jusqu'à granulation. La quantité d'eau à évaporer pour concentrer cette dissolution est d'environ 1.100 litres.

Cristallisation. — La dissolution des granulés qui formera le liquide blanc à cristalliser se fait à 28° B. et contient 600 grammes par litre d'acide citrique. L'appareil des blancs la concentre à 37° B. avec une teneur de 850 grammes par litre d'acide citrique :

Pour 1.000 kilogrammes d'acide, nous avons un volume de solution à 28° B. (densité = 1,24) de : $\frac{1\,000^{kg} \times 1\,000^{gr}}{600} = 1.670$ litres.

Poids du liquide : 1 670 × 1,24	2.070kg	
Poids de l'acide : 1 670 × 600	1.000	
Eau contenue dans la dissolution à 28° B		1.070kg

Volume de la charge concentrée à 36° B. (densité 1,32) :

$$\frac{1\,670 \times 600}{850} = 1.180 \text{ kilogrammes.}$$

Poids du liquide : 1 180 × 1,32	1.550kg	
Poids de l'acide : 1 180 × 0,850	1.000	
Eau contenue dans le liquide à cristalliser		550
Eau totale à évaporer dans l'appareil des blancs		520kg

Après cristallisation, il restera environ 900 litres d'eaux-mères contenant 700 grammes d'acide par litre, soit en totalité 630 kilogrammes d'acide.

La refonte des criblures et l'évaporation des eaux-mères équivalent à environ trois opérations comme ci-dessus pour obtenir 1.000 kilogrammes d'acide cristallisé.

Finalement nous aurons pour la totalité des évaporations correspondant à 1.000 kilogrammes d'acide emballé une quantité d'eau évaporée de :

1° Concentration à 28° B. du liquide à 12° B. provenant de la décomposition du citrate	7.110kg
2° Concentrations des granulés de première et des secondaires, 4 opérations à 1.040 kilogrammes l'une	4.160
3° Concentrations des liquides blancs à cristalliser, 3 opérations à 520 kilogrammes l'une	1.560
Environ	12.830kg

Nous compterons pour plus de sûreté une fois et demie cette quantité soit environ 19.000 kilogrammes.

CHAPITRE IV

VAPEUR, EAU ET PUISSANCE

Vapeur pour évaporations. — Les évaporations se feront dans les chaudières à vide à la température d'ébullition de 70° C. avec de la vapeur à une pression effective de 6 atmosphères, ou 165° de température.

Dans les calculs de la vapeur nécessaire, nous devrons non seulement considérer le poids de l'eau évaporée durant les opérations, mais encore tenir compte de la chaleur emportée par la masse cuite sortant des appareils.

Cette masse cuite sera :

Pour l'évaporation des 9.000 litres de liquide de la décomposition..	2.790kg
Pour la concentration de quatre opérations de granulés (1.750 × 4) =	7.000
Pour la concentration de trois opérations de blancs (1.550 × 3) =	4.650
Total..................	14.440kg

Ce travail devant se faire en douze heures, nous aurons par heure une masse cuite de 1.200 kilogrammes environ.

L'évaporation, ainsi que nous l'avons dit précédemment, sera de 19.000 kilogrammes, soit par heure 1.600 kilogrammes environ.

Le nombre de calories à fournir pour ces opérations sera :

1° Chaleur emportée par la masse cuite prise à 15° de température et portée à 70° C. : $C = 1200 \times (70 - 15) =$	66.000 calories
2° Pour l'évaporation à 70° des 1.600 kilogrammes d'eau prise à 15° : $C = 1600\,[606,5 + (0,305 \times 70 - 15)] =$	997.120 —
Calories par heure, total..............	1.063.120 calories

Déterminons le nombre de calories cédées par 1 kilogramme de vapeur dans les conditions indiquées, c'est-à-dire : vapeur à 6 atmosphères, température 165°, ébullition de la charge à 70°.

En admettant que l'eau condensée sorte des appareils à une tempéra-

ture intermédiaire à celle de la vapeur et de la liqueur en évaporation, soit $\frac{165 + 70}{2} = 117°,5$:

$$C = 606,5 + [0,305 \times (165 - 117,5)] = 621 \text{ calories.}$$

Le poids de la vapeur à 6 atmosphères nécessaire pour les évaporations et les concentrations sera donc :

$$\frac{1\,063\,120}{621} = 1.710 \text{ kilogrammes par heure.}$$

Mais, pour compenser les chutes de pression et les pertes par condensation, nous compterons sur une consommation de 2.000 kilogrammes de vapeur, soit sensiblement $1^{kg},2$ par kilogramme d'eau évaporée.

Vapeur pour les diverses opérations. — Tous les chauffages dans ces opérations se font par barboteur de vapeur et à une température d'environ 70 à 75° C.

Nous pouvons par conséquent calculer le poids de vapeur nécessaire pour porter de 15° à 75° 1.000 litres de liquide et nous nous servirons du résultat pour déduire le poids de vapeur à fournir pour toutes ces opérations d'après le volume total du liquide.

Formule générale :

$$P = \frac{(t' - t_0)\, Q}{606,5 + [0,305\, (t - t')]};$$

avec vapeur à 6 atmosphères, $t = 165°$. Le liquide étant porté de $t_0 = 15°$ à $t' = 75°$, nous aurons pour 1.000 litres :

$$P = \frac{(75 - 15) \times 1000}{606,5 + [0,305 \times (165 - 75)]} = 101 \text{ kilogrammes.}$$

Mais, pour compenser les différentes pertes par les conduites ainsi que la chaleur absorbée par les matières solides, nous compterons 150 kilogrammes de vapeur par 1.000 litres de volume de charge.

Le volume total des liquides à échauffer sera de :

1° Liquide à saturer	10.000 litres
2° Liquide de décomposition	7.500 —
3° Dissolution des granulés	3.200 —
Total	20.700 litres

La quantité de vapeur à fournir sera donc de :

$$\frac{20\,700 \times 150}{1000} = 3.105 \text{ kilogrammes en douze heures,}$$

soit environ 270 kilogrammes par heure.

Finalement nous aurons comme quantité de vapeur totale à produire par heure :

Évaporation et concentration...........	1.710
Saturation, décomposition et dissolution.	270
Total.......	1.980 kilogrammes.

On ajoutera à cette quantité la vapeur pour la force motrice ainsi que pour le noir.

Consommation d'eau. — La quantité d'eau journellement nécessaire pour une production de 1.000 kilogrammes d'acide emballé est la suivante :

1° Lavage du citrate..................................	15.000 litres
2° Décomposition quand on n'a pas de jus faible à disposition.	8.000 —
3° Lavage du sulfate..................................	10.000 —
4° Condenseur des appareils à vide, 30 litres par kilogramme de vapeur : 30 × 19.000..............................	570.000 —
5° Dissolution des granulés ou eaux-mères..................	9.000 —
6° Purification du noir..................................	30.000 —
7° Turbines et lavage des filtres..........................	20.000 —
8° Chaudières à vapeur (y compris force motrice)...........	50.000 —
9° Lavages et rinçages divers............................	38.000 —
Total....................	750.000 litres

soit environ :

$$\frac{750^{m3}}{12} = 62^{m3},5 \text{ par heure.}$$

Puissance :

1° Saturateur..	$1^{ch},5$
2° Cuves à décomposition citrate..........................	1 5
3° Une pompe à vide absorbant 8 chevaux comme pompe à vide et 20 chevaux comme compresseur force maxima..........	20 chevaux.
4° Turbines centrifuges, moyennement......................	12 —
5° Trois pompes à liquides................................	6 —
6° Une pompe à eau..	5 —
30 0/0 pertes, transmissions..............................	14 —
Total............................	60 chevaux.

CHAPITRE V

PROJET D'INSTALLATION D'UNE FABRIQUE D'ACIDE CITRIQUE POUR UNE PRODUCTION MENSUELLE DE 50 TONNES.

CALCUL DES APPAREILS

Nous compterons sur une production journalière de 2.000 kilogrammes d'acide citrique cristallisé pour compenser les arrêts de fabrication pour repos, réparations, etc...

Normalement le travail se fera de jour, sauf aux appareils à évaporer qui pourront faire des journées de quatorze ou quinze heures pour terminer leurs opérations.

Si nous admettons la perte maximum de 10 0/0, nous devrons traiter journellement un poids de citrate de chaux correspondant à 2.200 kilogrammes d'acide citrique, soit :

$$\frac{2200 \times 570}{420} = 3.000 \text{ kilogrammes de citrate de chaux pur ;}$$

mais le citrate de chaux commercial a une pureté de 87 0/0 environ : nous devrons donc employer :

$$\frac{3000}{0,87} = 3.500^{kg} \text{ de citrate de chaux commercial à 64 0/0 d'acide citrique.}$$

Cuves à décomposition. — Une telle quantité de citrate ne peut guère être traitée en une seule fois. On devra prévoir deux opérations journalières que l'on pourrait à la rigueur faire avec une seule cuve ; mais il sera plus prudent, pour éviter des retards de travail, d'installer deux cuves qui donneront chacune une opération par jour.

Une décomposition correspondra à un poids de 1.100 kilogrammes d'acide citrique et, comme le volume total d'une cuve doit être 12 fois le poids d'acide citrique traité, le volume de chaque cuve sera :

$$1100 \times 12 = 13.000 \text{ litres.}$$

Le volume de la charge comprenant l'acide, l'eau de dilution et la condensation de vapeur sera :

$$1\,100 \times 8 = 8.800 \text{ litres.}$$

Les deux cuves seront tronconiques et auront pour dimensions :

Diamètre supérieur	$3^m,100$
Diamètre inférieur	$3^m,350$
Hauteur	$1^m,600$
Volume	13.000 litres

Caisses à sulfate. — Une caisse correspond à une production de 220 kilogrammes d'acide; le nombre de caisses sera donc:

$$\frac{2\,200}{220} = 10;$$

pour en avoir suffisamment de façon à assurer la continuité du travail, on en installera dix-huit à vingt ayant pour dimensions :

$$3^m,300 \times 1^m,300 \times 0^m,400.$$

Caisses à liquides de décomposition. — Une caisse doit pouvoir contenir tout le liquide filtré de la décomposition. Une décomposition de 1.750 kilogrammes de citrate ou 1.100 kilogrammes d'acide citrique donne un ensemble de 9.000 litres de liqueur de premier jet et d'eau de lavage forte. Nous adopterons deux caisses de $4^m \times 3^m$ et $0^m,75$ de hauteur, et de plus une caisse de mêmes dimensions qui recevra les petits jus de lavage. Enfin on prendra pour le service de la décomposition une pompe en bronze ou en métal blanc avec soupapes à boulets de diamètre 120 millimètres, course 200 millimètres.

Appareils évaporateurs. — Nous prendrons le modèle de diamètre $1^m,700$, hauteur partie cylindrique $1^m,400$, avec deux serpentins concentriques en plomb de diamètre 72×84, ayant une superficie de 10 mètres carrés.

La longueur totale de ces serpentins sera de :

$$\frac{10}{0,084 \times 3,14} = 40 \text{ mètres}$$

Un tel appareil évaporera par heure :

$$10^{m2} \times 50 = 500 \text{ kilogrammes d'eau minimum.}$$

Une opération traitant 4.500 litres de liqueur correspond à une pro-

duction de 550 kilogrammes avec une évaporation de 3.500 litres.

La durée d'une opération sera de :

$$\frac{3\,500}{500} = 7 \text{ heures.}$$

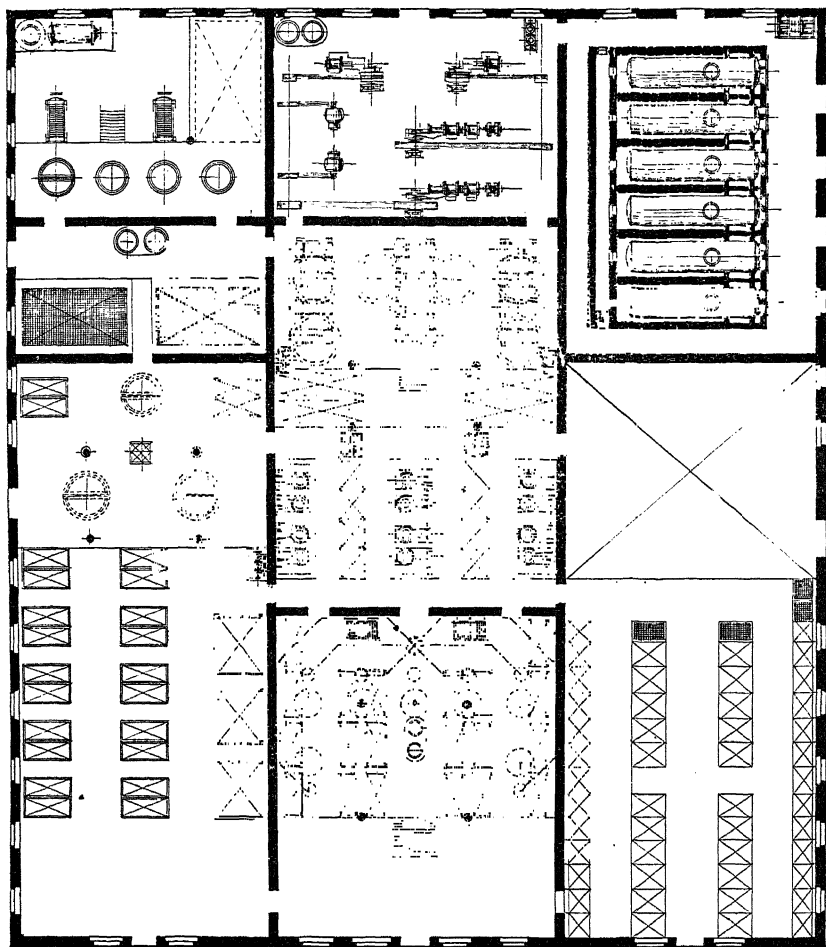
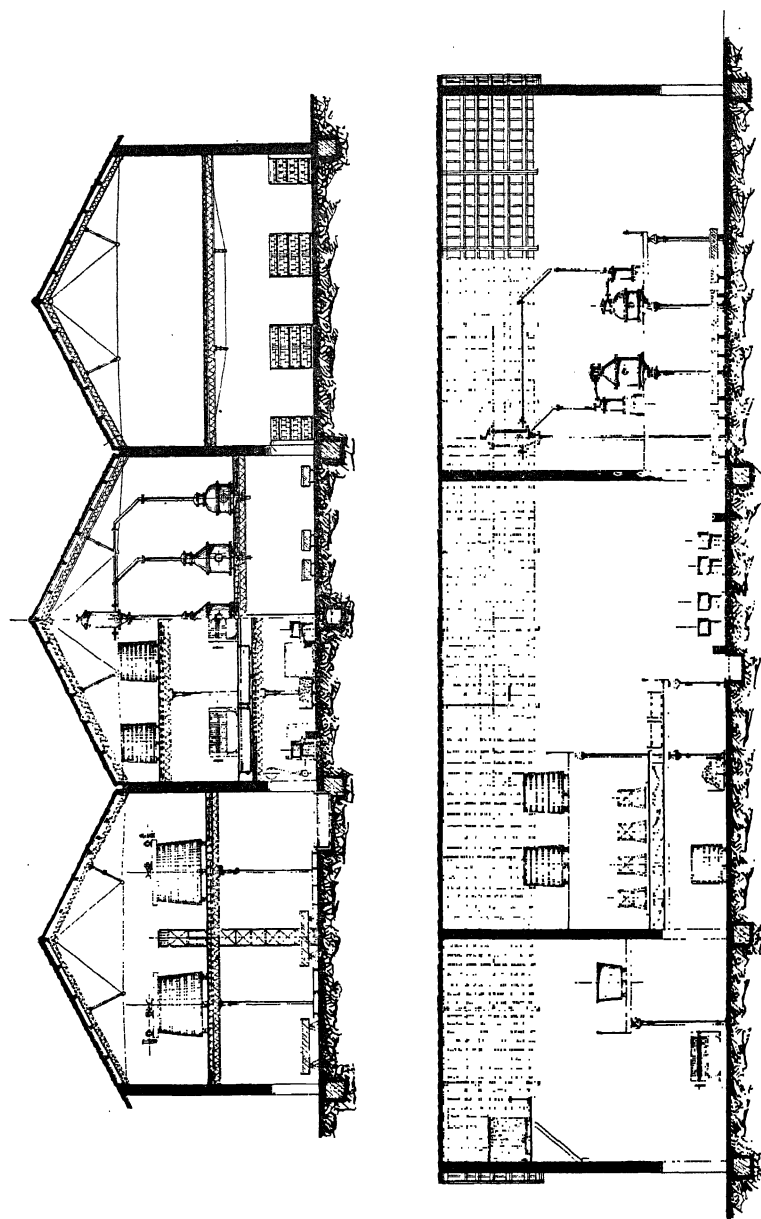



FIG. 98. — Plan. U. ROUX.

Pour les 2.200 kilogrammes d'acide à produire journellement, nous devrons faire :

$$\frac{2\,200}{550} = 4 \text{ opérations,}$$

ce qui correspondrait à un travail de 28 heures, et nous prendrons par conséquent 2 appareils semblables qui travailleront chacun 14 heures.

Appareils à granuler. — Nous prendrons le modèle de diamètre

1^m^,700, hauteur partie cylindrique 0^m^,800, ayant un serpentin latéral terminé en escargot sur le fond. Ce serpentin a pour diamètre 45 × 60 et,

sa superficie devant être de 6 mètres carrés, sa longueur totale sera :

$$\frac{}{0{,}06 \times 3{,}14} = 33 \text{ mètres.}$$

Sa puissance évaporatoire par heure sera de :

$$6 \times 50 = 300 \text{ kilogrammes d'eau minimum.}$$

L'eau à évaporer pour une opération qui rend 700 kilogrammes de granulé est de 1.100 litres, la durée d'une opération sera d'environ :

$$\frac{1\,100}{300} = 4 \text{ heures maximum.}$$

On devra faire au moins 3 opérations, ce qui exigera un fonctionnement de 12 heures.

On devra installer un appareil pour le granulé de première et un semblable pour les granulés secondaires, et de plus il sera bon d'en prévoir un troisième qui servira de rechange.

Appareils des blancs. — On prendra le même modèle que celui des granulés, mais avec un serpentin simplement en escargot sur le fond.

Ce serpentin a pour diamètre 35 × 47 ; sa surface doit être de 3 mètres carrés ; sa longueur totale sera :

$$\frac{}{0{,}047 \times 3{,}14} = 20 \text{ mètres.}$$

En tenant compte des criblures à repasser, chaque opération correspond à 70 kilogrammes d'acide emballé, on devra faire par conséquent :

$$\frac{2\,200}{170} = 12 \text{ opérations.}$$

Chaque opération doit évaporer 300 litres et la puissance évaporatoire par heure est de :

$$3^{m2} \times 50 = 150 \text{ kilogrammes minimum.}$$

La durée d'une opération sera de :

$$\frac{300}{150} = 2 \text{ heures,}$$

et les 12 opérations prendront 24 heures. Pour un travail seulement de jour, on devra donc installer 2 appareils semblables.

Condensation des appareils à évaporer. — Nous adopterons une station centrale avec condenseur barométrique.

Pour une production de 1.000 kilogrammes d'acide emballé, nous avons vu (p. 410) qu'il était nécessaire d'évaporer une quantité maximum de 19.000 kilogrammes d'eau.

Le travail se faisant en 12 heures, pour une production de 2.000 kilogrammes, on devra évaporer :

$$\frac{19000 \times 2}{12} = \text{environ 3.000 kilogrammes d'eau par heure.}$$

On devra fournir à ce condenseur pendant le même temps

$$3000 \times 20 = 60.000 \text{ litres d'eau par heure.}$$

Le volume de la pompe à air devra développer par heure :

$$3000 \times 0{,}2 = 600 \text{ mètres cubes,}$$

ce qui correspondra comme dimensions à :

Diamètre........................	400 millimètres
Course........................	550 —
Tours	80 par minute.

La puissance absorbée par cette pompe sera de :

$$3000 \times 0{,}005 = 15 \text{ chevaux.}$$

Le volume du condenseur sera :

$$3000 \times 0{,}4 = 1.200 \text{ litres,}$$

et ses dimensions :

Diamètre........................	900 millimètres
Hauteur........................	2.000 —

Cuves à dissolution et à hydrogène sulfuré. — L'appareil des blancs fera 12 opérations de 800 litres chacune, soit 9.600 litres en totalité que devront fournir les cuves à dissolution des blancs. Ces cuves auront pour dimensions :

Diamètre supérieur........................	1m,900
Diamètre inférieur........................	2m,100
Hauteur........................	1m,500
Volume........................	4.000 litres.

Une dissolution donnera 3.500 litres de liqueur. On fera journellement

trois dissolutions et on installera deux cuves semblables de dimensions ci-dessus. On installera également deux cuves semblables pour la dissolution des granulés secondaires et deux autres pour le traitement des liquides par l'hydrogène sulfuré.

Caisses à granulé et cristallisoirs. Les deux appareils à granuler feront ensemble un total de six à huit opérations par jour. Chaque opération remplira une caisse de $3^m,300 \times 1^m,300$ et $0^m,350$ de hauteur. Chaque caisse demande trente-six heures pour son refroidissement; si nous admettons quarante-huit heures, on devra prévoir exactement deux caisses par opération journalière, soit seize caisses en totalité. Mais, pour faciliter le travail, il vaudra mieux en installer vingt.

Comme cristallisoirs, nous adopterons les terrines de grès de 8 à 10 litres de capacité ; on doit compter 35 terrines pour une production de 100 kilogrammes d'acide emballé par jour. Les 2.000 kilogrammes de production demanderont journellement la vidange de :

$$\frac{2000 \times 35}{100} = 700 \text{ terrines.}$$

En comptant quatre jours pour la cristallisation et un jour pour vider et rincer les terrines, le nombre total de terrines en service sera de :

$$700 \times 5 = 3.500 \text{ terrines,}$$

que l'on logera dans :

$$\frac{3500}{40} = 87^m,50 \text{ de placards simples}$$

ou

$$\frac{3500}{70} = 50 \text{ mètres de placards doubles.}$$

Essoreuses centrifuges et filtres-presses. — Une essoreuse correspond à 200 kilogrammes d'acide emballé par jour. Il serait donc nécessaire pour le travail fixé d'en installer dix, mais il sera prudent d'en ajouter deux de rechange. Le nombre total de filtres-presses sera de douze, dont quatre pour liquides concentrés de l'évaporateur, quatre pour liquides de dissolutions de granulés secondaires et quatre pour liquides blancs après leur traitement par l'hydrogène sulfuré.

Ces trois groupes de filtres auront chacun une caisse pour recevoir le liquide filtré. La capacité de ces caisses sera d'environ 6.000 litres, elles auront pour dimensions : $2^m \times 4^m$ et $0^m,750$ de hauteur.

Saturateurs. — Le point de départ de la fabrication étant le citrate de chaux, le saturateur servira seulement pour les eaux-mères du granulé de troisième et les égouts des granulés de troisième et quatrième.

Nous prendrons un saturateur de 8.500 litres ayant pour dimensions :

Diamètre supérieur................	2^m,500
Diamètre inférieur................	2^m,750
Hauteur..........................	1^m,600

On y joindra trois caisses filtrantes de 3^m,300 × 1^m,300 et 0^m,400 de hauteur pour l'égouttage et le lavage du citrate. On ajoutera une caisse de 5.000 litres de capacité pour recevoir l'égouttage et le lavage qui seront ensuite remontés dans le saturateur pour y être saturés à fond.

Purification du noir. — La quantité de noir épuré en pâte qui sera nécessaire est d'environ 10 kilogrammes pour 100 kilogrammes d'acide citrique emballé. Pour la production de 2.000 kilogrammes d'acide, nous devons préparer journellement 200 kilogrammes de noir en pâte et purifier 300 kilogrammes de noir en poudre.

Une cuve à cuites de noir de 40 hectolitres ayant pour dimensions :

Diamètre supérieur......................	2^m,100
— inférieur......................	1 ,900
Hauteur................................	1 ,300

traite en une opération 700 kilogrammes de noir en poudre qui rendent 500 kilogrammes de noir en pâte ; la durée du traitement étant de cinq jours, cette opération correspond à 100 kilogrammes de noir en pâte par jour. On devra installer par conséquent trois cuves semblables qui suffiront largement aux besoins.

On fait moyennement six lavages avec siphonnage à une cuve à cuites de noir, mais on sature seulement le liquide des trois premiers lavages qui est supérieur à 3° B. Un siphonnage enlevant 3.500 litres d'eau, nous aurons pour une cuite un volume total de 10.500 litres à saturer.

Si on fait en moyenne une cuite de noir par jour, il suffira d'installer un saturateur de 8.500 litres de capacité permettant de saturer 5.000 à 6.000 litres en une opération et on fera deux saturations consécutives dans le même appareil.

Deux filtres-presses de 0^m,800 × 0^m,800 avec vingt-quatre chambres de 18 millimètres suffiront pour une quantité de 250 kilogrammes de noir complètement lavé.

Un filtre de mêmes dimensions, mais avec vingt-quatre cadres de 0^m,03, sera suffisant pour le lavage du phosphate.

Réservoirs d'acides sufurique et chlorhydrique. — On devra installer des bassins-réservoirs pour les acides sulfurique et chlorhydrique afin d'avoir une réserve pour environ deux mois de fabrication.

La consommation journalière d'acide sulfurique à 58-60°, pour une production de 2.000 kilogrammes d'acide citrique, est de 2.800 kilogrammes ou 168.000 kilogrammes pour deux mois. La densité de cet acide est 1,7.

Le volume du bassin devra être :

$$\frac{168000}{1,7} = 100.000 \text{ litres.}$$

On construira deux bassins de $8^m \times 5^m \times 1^m,50$ de haut.

L'acide chlorhydrique servira exclusivement pour la purification du noir animal, qui consommera environ 500 kilogrammes par jour ou 30.000 kilogrammes en deux mois. La densité est 1,17 pour acide à 20-21° B.

Le volume du réservoir devra être :

$$\frac{30000}{1,17} = 25.600 \text{ litres.}$$

On construira un réservoir de $8^m \times 2^m,50 \times 1^m,50$ de hauteur.

Ces réservoirs communiqueront chacun avec un monte-jus à air comprimé, qui enverra l'acide dans les divers appareils où il doit être employé.

Monte-jus acides. — Ces monte-jus seront en plomb durci d'une capacité de 700 litres correspondant à 1.200 kilogrammes d'acide sulfurique et 800 kilogrammes d'acide chlorhydrique. Ils auront pour dimensions :

Diamètre..	$0^m,800$
Hauteur..	1 ,500
Épaisseur des parois........................	28 millimètres.

Leur fonctionnement se fera au moyen d'un compresseur d'air de diamètre 130 millimètres, course 260 millimètres, tours 130, aspirant 40 mètres cubes d'air par heure et rendant 13 mètres cubes d'air comprimé à 2 atmosphères, avec une force de 4 chevaux à la compression.

Ce compresseur communiquera directement avec des réservoirs de vide et de pression.

Pompes diverses. — *a*) Une pompe en métal blanc à piston plongeur de : diamètre 150 millimètres, course 350 millimètres, pour le liquide de décomposition.

b) Une pompe en bronze à piston plongeur de : diamètre 100 millimètres, course 250 millimètres, pour liquides de lavage du sulfate et service de la saturation.

c) Deux pompes à membrane de caoutchouc de : diamètre 100 millimètres, course 160 millimètres, pour dissolutions des blancs.

Deux pompes semblables pour dissolutions des granulés.

Deux pompes semblables pour services divers (eaux-mères turbines).

Pompes à eau. — Pour les divers services de lavages, condensations dilutions, vapeur de chauffage, etc., nous avons vu (chap. IV, p. 413) qu'il était nécessaire d'un volume de 42 mètres cubes d'eau par heure et par tonne d'acide citrique fabriqué :

Pour 2 tonnes d'acide, nous devrons disposer de...	84 mètres cubes
La puissance de 100 chevaux demandera..........	2
Nous compterons pour divers....................	14
TOTAL..........	100 mètres cubes

Nous prendrons quatre réservoirs en tôle de $5^m \times 4^m \times 2^m,50$ de hauteur, soit une réserve d'eau pour deux heures. Le fond de ces réservoirs sera placé à une hauteur de 15 mètres pour pouvoir alimenter directement le condensateur des appareils à évaporer.

La puissance absorbée par la pompe sera :

$$\frac{1,5\ (rh)}{3\ 600 \times 75} = \frac{1.5 + 100\ 000 \times 15}{3\ 600 \times 75} = 8 \text{ chevaux.}$$

Machine à vapeur. — La puissance nécessaire sera de :

2 cuves à décompositions de citrate...........	3 chevaux
1 pompe à vide à condensation barométrique centrale, volume d'air aspiré 50 mètres cubes.	15
10 essoreuses centrifuges....................	25
8 pompes diverses...........................	15
1 pompe à eau...............................	8
1 compresseur monte-jus.....................	4
	70 chevaux
30 0/0 pertes par transmissions et divers.......	30
TOTAL..........	100 chevaux.

Chaudières à vapeur. — Nous avons vu (p. 413) que la consommation totale de vapeur par heure pour une production de 1.000 kilogrammes d'acide emballé serait d'environ 2.000 kilogrammes, tant pour les évaporations et concentrations que pour les saturations des décompositions

et dissolutions. Pour les 2.000 kilogrammes d'acide du projet actuel, nous devrons compter par conséquent sur une consommation de 4.000 kilogrammes de vapeur, à laquelle nous devons ajouter celle nécessaire pour les 100 chevaux de force motrice, soit 2.000 kilogrammes.

Les générateurs devront être capables de fournir par conséquent 6.000 kilogrammes de vapeur par heure.

Comptant sur une vaporisation de 15 kilogrammes par heure et par mètre carré de surface de chauffe, nous devrons avoir de disponible une surface de chauffe totale de :

$$\frac{6000}{15} = 400 \text{ mètres carrés.}$$

Nous adopterons des chaudières Cornouailles de 85 mètres carrés et nous en installerons six afin d'en avoir une de rechange.

Ces chaudières auront pour dimensions :

Corps de chaudière :

Diamètre	$2^m,150$
Longueur	9 mètres.

Deux foyers intérieurs :

Diamètre	$0^m,800$
Longueur	9 mètres.
Poids total avec accessoires	18.000 kilogr.

Le collecteur de vapeur aura pour diamètre :

$$D = \frac{4\,P}{3600\,Vd'}.\quad D = \frac{4 \times 6000}{3600 \times 3,14 \times 20,00 \times 3,42} = 180 \text{ millimètres.}$$

P = poids de vapeur par heure;
V = vitesse d'écoulement de la vapeur par seconde;
d = densité de vapeur.

Comme pompe alimentaire, nous prendrons une pompe Worthington ayant pour dimensions :

Cylindres à vapeur, diamètre	190	millimètres
— à eau —	114	—
Course du piston	152	—

pouvant fournir 20.000 litres d'eau par heure, soit une puissance triple de celle nécessaire.

Cheminée. — En comptant sur une vaporisation de 8 kilogrammes d'eau par kilogramme de charbon, la consommation totale de charbon

par heure sera de :

$$6000 = 750 \text{ kilogrammes.}$$

Si nous fixons la hauteur de cette cheminée à 45 mètres et en employant la formule de Montgolfier qui donne des résultats suffisamment approchés de celle plus compliquée de Peclet, nous aurons pour la section au sommet :

$$S = 1{,}87 \frac{750}{\sqrt{45}} = 230 \text{ décimètres carrés,}$$

soit un diamètre de $1^{m},70$.

CINQUIÈME PARTIE

LABORATOIRE

RÉGLAGE DE LA DÉCOMPOSITION DU CITRATE

La quantité d'acide sulfurique devrait théoriquement être égale, équivalent à équivalent, à l'acide citrique ; mais, pour être sûr d'une décomposition complète et aussi pour faciliter la granulation de l'acide citrique, on doit avoir dans le produit de la décomposition une certaine quantité d'acide sulfurique libre en excès que l'on a fixée pour une marche normale à 2 à 3 0/0 de l'acidité totale calculée en acide citrique:

Chaque centimètre cube de la liqueur de baryum doit correspondre à 0,005 d'acide sulfurique (sensiblement liqueur décinormale).

On prend 75 centimètres cubes de la bouillie de décomposition, on étend à 100 centimètres cubes avec de l'eau distillée, on agite et on filtre. (Peu importe la dilution du liquide à essayer, puisque les deux valeurs sont

$$2 < \frac{100A_s}{[illegible]} < 3.$$

On prépare deux liqueurs, une de soude pour titrer l'acide total, l'autre de chlorure de baryum pour l'acide sulfurique. La liqueur de soude est telle que 1 centimètre cube correspond à 0,2 de bitartrate de potassium pur; comme l'acide citrique est triacide, chaque centimètre cube de liqueur correspond à :

$$\frac{0,2 \times 210}{188 \times 3} = 0,0744 \text{ d'acide citrique.}$$

188 = poids moléculaire du bitartrate de potassium.
210 = poids moléculaire de l'acide citrique.

relationnées entr'elles et qu'on opère sur le même liquide dans les deux essais.)

On prélève 10 centimètres cubes de liqueur filtrée que l'on met dans une capsule et on titre à l'ébullition par la liqueur sodique jusqu'à neutralité, sans tenir compte de la quantité de soude qui est absorbée par l'acide sulfurique en excès.

Soit X le nombre de centimètres cubes employés ; l'acidité totale rapportée en acide citrique sera :

$$X \times 0{,}0744 \text{ pour 10 centimètres cubes,}$$

et

$$X \times 0{,}0744 \times 10 \text{ pour 100 centimètres cubes.}$$

On note ces chiffres.

On prélève de nouveau 25 centimètres cubes de liqueur filtrée que l'on met dans un verre de Bohême, on porte à l'ébullition et on ajoute liqueur $BaCl^2$ goutte à goutte jusqu'à ce qu'une petite prise d'échantillon filtré additionné de $\frac{1}{2}$ centimètre cube de liqueur ne donne plus de précipité.

Soit Y le nombre de centimètres cubes employés; $Y \times 0{,}005$ sera l'acide sulfurique contenu dans 25 centimètres cubes et $Y \times 0{,}005 \times \frac{100}{25}$ dans 100 centimètres cubes d'échantillon. Donc $\frac{100(Y \times 0{,}005 \times 4)}{(X \times 0{,}0744 \times 10)}$ doit être compris entre 2 et 3.

Supposons que, dans le dosage de l'acidité totale, on ait employé $X = 30^{cm3}{,}1$ de liqueur de soude, ce qui correspondrait à :

$$30{,}1 \times 0{,}0744 \times 10 = 22{,}4 \text{ acide citrique par 100 de liquide.}$$

Supposons aussi que, pour précipiter tout l'acide sulfurique, on ait employé Y = 28 centimètres cubes de Cl^2Ba, ce qui correspondrait à :

$$28 \times 0{,}005 \times \frac{100}{25} = 0{,}56 \text{ acide sulfurique pour 100 de liquide,}$$

et nous aurons :

Pour 22,4 d'acide citrique........ 0,56 d'acide sulfurique
— 100 — — .... X — —

soit :

$$\frac{100 \times 0{,}56}{22{,}4} = 2{,}5,$$

chiffre compris entre 2 et 3.

On pourrait simplifier le calcul du résultat en ne retenant que les nombres de centimètres cubes employés dans les deux essais :

$$\frac{100\,(Y \times 0{,}005 \times 4)}{X \times 0{,}0744 \times 10} = \frac{Y\,(100 \times 0{,}005 \times 4)}{X\,(0{,}0744 \times 10)} = 2{,}66\,\frac{Y}{X};$$

puisque $2{,}66\,\frac{1}{X}$ doit être compris entre 2 et 3, nous pouvons dire que :

Pour un excès de 2 d'acide sulfurique, le rapport $\frac{Y}{X}$ devra être $\frac{Y}{X} = \frac{2}{2{,}66} = 0{,}75$,

— 2,5 — — — — $\frac{2{,}5}{2{,}66} = 0{,}94$,

— 3 — — — — $\frac{3}{2{,}66} = 1{,}10$,

et, reprenant l'exemple précédent dans lequel nous avons employé $X = 30^{cm^3},1$ de liqueur de soude et $Y = 28$ centimètres cubes de $BaCl^2$, nous dirons :

$$\frac{Y}{X} = \frac{28}{30{,}1} = 0{,}93,$$

correspondant approximativement à 2,5 d'excès d'acide sulfurique pour 100 d'acidité totale calculée en acide citrique.

TABLE DES MATIÈRES

LIVRE I

BITARTRATE DE POTASSIUM OU CRÈME DE TARTRE

PREMIÈRE PARTIE

PROPRIÉTÉS DU BITARTRATE DE POTASSIUM

Pages.

Caractères chimiques.. 1
Solubilité.. 2
.... 4

DEUXIÈME PARTIE

MATIÈRES PREMIÈRES

CHAPITRE PREMIER

Origine

Sources des matières tartriques.
Résidus de la vinification.......

CHAPITRE II

Traitement des résidus de la vinification

Marcs

Composition.. 9
Conservation.. 9
Distillation.. 10
Extraction des matières tartriques.. 13
a) Par cristallisation des vinasses....................................... 13
b) Méthode Jouette et Ponthèves... 15
c) Méthode Cambiaggi.. 17
d) Méthode Ciapetti... 17
e) Méthode simple et rationnelle.. 18
Utilisation des marcs épuisés... 19
Marcs mélassés.. 19

Lies

Pages

Formation et séparation des lies 23
Distillation des lies et extraction des matières tartriques 24
Conservation et dessiccation 26

CHAPITRE III

Matières premières pour l'industrie tartrique

Lies sèches 29
Tartre brut 30
Cristaux bruts 31
Limo des distilleries 32
Sablons 32
Tartrate de calcium 33

CHAPITRE IV

Analyse des matières tartreuses

Dosage du bitartrate de potassium 34
a) Procédé acidimétrique dit « à la burette » 34
Titrage par liqueurs titrées 34
Titrage par liqueurs normales 35
Procédé adopté par le Congrès international de Londres en 1909 35
b) Procédé de la cristallisation ou à la casserole 36
c) Procédé Klein 38
d) Procédé Techermacher 39
e) Actual test ou méthode américaine 39
f) Méthode odométrique 40
Détermination de l'acide tartrique total ou acidité totale 40
a) Procédé Goldenberg et Géromont 40
Méthode de 1898 40
Méthode de 1909 (Congrès de Londres) 42
b) Procédé Ordonneau à l'acétate de calcium 44
c) Procédé Ordonneau au bimalate de calcium 45
Recherche du bisulfate dans les lies et tartres 48

TROISIÈME PARTIE

FABRICATION PAR LE PROCÉDÉ DE SAINT-THIBÉRY

CHAPITRE PREMIER

Description du procédé 49

CHAPITRE II

Pratique des opérations et rendement des appareils

Cristaux rouges

Mise en fabrication 53
Mouture des matières premières 58
a) Meules 58
b) Broyeurs à percussion 59

Pages.
Cuite des rouges 61
Cristallisation des rouges 66
Lavage des cristaux rouges 68

Raffinage des cristaux rouges

Cuite des blancs 69
Cristallisoirs des blancs 71
Lavage des cristaux blancs 73
Essorage à la turbine centrifuge 76
Mouture et emballage 78
Crème 1° blanc de Béziers ou de Saint-Thibéry 81
Crèmes garanties de Montpellier 82
Mélanges à gradations déterminées 83

CHAPITRE III

Traitement des résidus de fabrication

Nature des substances résiduelles 90
Quantité de substances résiduelles 91
Traitement des substances résiduelles 91
a) Cuite des résidus 93
b) Filtration 97
c) Saturation 98
d) Lavage et séchage du tartrate 99
Traitement empirique à employer dans les petites fabriques 100
Traitement par le bisulfate de potassium 101
Traitement à froid par les sels de potassium 104

CHAPITRE IV

Fermentations 105

CHAPITRE V

Comptes de fabrication

Inventaire du bitartrate en cours de fabrication 107
Pertes de fabrication 108
Rendement en crème emballée 112
Consommation des agents de fabrication 113

CHAPITRE VI

Les métaux dans la crème de tartre

Prescriptions de la pharmacopée britannique 114
Élimination des métaux 116
Recherche et détermination des métaux 118

CHAPITRE VII

Laboratoire

Titrage des crèmes 120
Liqueur de carbonate de sodium 121
Liqueur de chlorure de baryum 122

Pages.
Acidité totale par la méthode alcaline ou Goldenberg ancien 122
Analyses-contrôles de fabrication 125
a) Sablons rouges et blancs 125
b) Boues 125
c) Eaux-mères 125
d) Noir animal 125

CHAPITRE VIII

Critique du procédé de Saint-Thibéry 126

CHAPITRE IX

Projet d'installation d'une fabrique pour une production mensuelle de 100 tonnes de crème de tartre

Calcul des appareils

Moulins à matières premières 128
Fours bouilleurs ou chaudrons à cuites 128
Cristallisoirs 130
Laveuses à cristaux 131
Essoreuses ou turbines centrifuges 132
Moulins à crème et bluterie 133
Pompes à liquides 134
Monte-jus des boues 134
Pompes à air des monte-jus 134
Traitement des résidus 135
a) Cuves à cuites 135
b) Filtres-presses, tourteaux 136
c) Saturateur 136
d) Filtres-presses tartrate 137
Purification du noir animal 137
a) Cuves à cuites 137
b) Saturateur phosphate 137
c) Filtres-presses 137
d) Monte-jus acide 138
Machines et chaudières à vapeur 138
Cheminée 139

QUATRIÈME PARTIE

FABRICATION PAR LE PROCÉDÉ MÉCANIQUE

CHAPITRE PREMIER

Description de l'appareil mécanique 141

CHAPITRE II

Pratique des opérations et rendement des appareils

Torréfaction des lies 148
Dissolutions 155
Traitement des lies par le bisulfate 162
Filtres 166

Pages.
Refroidisseurs 171
a) à lentilles pour les rouges 171
b) Vertical pour les blancs 172
Séchage et emballage du bitartrate 173
Ensemble d'installations 174

CHAPITRE III

Projet d'installation d'une fabrique par le procédé mécanique pour une production mensuelle de 100-120 tonnes de crème de tartre

Calcul des appareils

Torréfacteurs des lies 179
Dissolveurs 179
Filtres 181
Refroidisseurs 182
Essoreuses ou turbines centrifuges 182
Séchoir du bitartrate 182
Moulins Alsing 182
Saturation 183
Noir 183
Eau 183
Générateurs de vapeur 184
Cheminée 184

CINQUIÈME PARTIE

AUTRES PROCÉDÉS DE FABRICATION DE LA CRÈME DE TARTRE

a) Procédé Martigner 185
b) Procédé de Coninck et Nicolas 185
c) Procédé Baldy 186
d) Procédé de la Tartar Chemical Cie 186
e) Procédé Gladysz 186
Purification de la crème de tartre 186

LIVRE II

ACIDE TARTRIQUE

PREMIÈRE PARTIE

CHAPITRE PREMIER

Propriétés de l'acide tartrique

Caractères chimiques 187
Solubilité 189
Usages 190
Falsifications 190

CHAPITRE II

Pages.
Matières premières 191

CHAPITRE III

Procédés de fabrication 192

DEUXIÈME PARTIE

OBTENTION DU TARTRATE DE CHAUX

CHAPITRE PREMIER

Procédés

a) **Procédé synthétique de Naquet** 193

b) **Procédé Zino** 194

c) **Procédé à l'acide sulfureux de Gladysz** 195

d) **Procédé Schmitz et Tœges** 197

e) **Procédé neutre de Scheele-Lowitz**

Traitement des tartres.......... 198
Traitement des lies à froid par lévigation.......... 199

f) **Procédé neutre de Desfosses**

Traitement des tartres.......... 201

g) **Procédé Scarlata** 203

h) **Procédé H. Tobler** 204

i) **Procédé acide de Scheurer-Kestner**

Séparation des liqueurs par filtration avec traitement des lies par le système à haute pression de Dietrich.......... 206
Séparation des liqueurs par filtration avec emploi de lies torréfiées.......... 208
Séparation des liqueurs par décantation.......... 209
a) Cuite des lies.......... 209
b) Décantation.......... 210
c) Séparation du tourteau.......... 210
d) Saturation.......... 212
e) Lavage du tartrate de calcium.......... 215

CHAPITRE II

Choix d'un procédé pour l'obtention du traitement du tartrate de chaux 217

TROISIÈME PARTIE

CRISTALLISATION DE L'ACIDE TARTRIQUE

CHAPITRE PREMIER

Obtention de la liqueur tartrique

Décomposition du tartrate de calcium........ 221
Filtration et lavage du sulfate de calcium........ 223

CHAPITRE II

Concentration et granulation 225

CHAPITRE III

Dissolution du granulé

Dissolution et décoloration........ 228
Traitement par le chlorate de potassium........ 229

CHAPITRE IV

Cristallisation et emballage

Cristallisation........ 230
Vidange des cristallisoirs........ 230
Turbinage, séchage et emballage........ 232

CHAPITRE V

Traitement des eaux-mères et des liquides de turbinage

Eaux-mères des cristaux blancs........ 233
Eaux-mères de turbinage du granulé de première........ 233
Eaux-mères et eaux de turbinage du granulé de deuxième........ 235
Eaux-mères et égouts du granulé de troisième........ 235
Saturation des vieilles eaux-mères........ 235

CHAPITRF VI

Traitement des granulés

Granulé de première........ 237
Granulé de deuxième........ 237
Granulé de troisième........ 237

CHAPTRE VII

Comptes de fabrication

Inventaires........ 238

QUATRIÈME PARTIE

PROCÉDÉ ACIDE PAR DÉCANTATION

CHAPITRE PREMIER

Pratique des opérations et rendement des appareils

Cuves à cuites........ 239
a) Cuites des lies........ 239
b) Cuite des tartres sablonneux ou des sablons blancs........ 241
c) Cuite des boues........ 242
d) Cuite des sablons rouges........ 243
Cuves de décantation........ 244
a) Travail des lies........ 244
b) Travail des résidus de la crème........ 245
Filtres-presses et monte-jus........ 245
Saturateurs........ 248
Caisses à tartrate........ 250
Cuves à décomposition........ 251
Caisses à sulfate........ 252
Appareils à concentrer dans le vide........ 254
a) Appareil à évaporer,........ 258
b) Appareil à granuler........ 258
c) Appareil des blancs........ 259
Caisse à granulé........ 261
Cuves à dissolution des granulés........ 262
Cuves à chlorate........ 264
Cristallisoirs........ 265
Essoreuses centrifuges ou turbines........ 267
Filtres-presses........ 269
Pompes........ 270

CHAPITRE II

Projet d'installation d'une fabrique d'acide tartrique par le procédé acide pour une production mensuelle de 50 tonnes en traitant les lies à 20-24 0/0 d'acidité

Calcul des appareils

Cuves à cuites........ 272
Cuves de décantation et filtres-presses pour tourteaux........ 272
Filtres-presses pour cuites........ 275
Saturateurs........ 275
Caisses ou filtres à tartrate........ 276
Cuves à décomposition........ 276
Caisses à sultate........ 276
Appareils à évaporer dans le vide........ 277
a) Appareil des blancs........ 277
b) Appareils à granuler........ 277
c) Appareils à évaporer........ 278
Cuves à dissolution........ 278
Cuves à chlorate........ 279
Ca sses à granulé........ 279
Cristallisoirs........ 279
Turbines-centrifuges........ 279

Pages.
Filtres-presses pour liquides de dissolution 279
Pompes 279
Condenseur des appareils à évaporer 280
Noir 281
Eau 281
Puissance 282
Chaudières à vapeur 282
Cheminée 283

CINQUIÈME PARTIE

LABORATOIRE

Contrôles de fabrication

Lavage du tartrate de calcium 285
Lavage du sulfate de calcium 285
Réglage de la décomposition 285
Analyse du tartrate de calcium 288
Tourteaux de lies épuisées 289
Sulfate de calcium épuisé 289
Eaux de saturation 289
Eaux-mères de l'ocide tartrique 289
Acide sulfurique libre dans les eaux-mères 289

LIVRE III

ACIDE CITRIQUE

PREMIÈRE PARTIE

PROPRIÉTÉS DE L'ACIDE CITRIQUE

Caractères chimiques 291
Préparations 293
Solubilité 295
Usages 295
Falsifications 295

DEUXIÈME PARTIE

MATIÈRES PREMIÈRES

CHAPITRE PREMIER

Origine

CHAPITRE II

Préparation

Pages.
Jus de citron 298
Citrate de calcium 299
Jus de limon 299

CHAPITRE III

Analyse des matières brutes

Jus de citron 301
Citrate de calcium 305
Méthode officielle italienne 307

TROISIÈME PARTIE

DESCRIPTION DE LA FABRICATION

CHAPITRE PREMIER

Réactions chimiques des opérations 309

CHAPITRE II

Saturation. — Séparation du citrate 310

CHAPITRE III

Décomposition du citrate 313

CHAPITRE IV

Concentration et granulation 316

CHAPITRE V

issolution et décoloration du granulé 319

CHAPITRE VI

Cristallisation et emballage 321

CHAPITRE VII

Traitement des eaux-mères et liquides de turbinage

Eaux-mères et eaux de turbinage des cristaux blancs 323
Eaux-mères et eaux de turbinage du granulé de première 323
Eaux-mères et eaux de turbinage du granulé de deuxième 323
Eaux-mères et eaux de turbinage du granulé de troisième 324
Eaux-mères et égout du granulé de quatrième 325

CHAPITRE VIII

Traitement des granulés

Pages.
Granulé de première.. 326
Granulé de deuxième.. 326
Granulés de troisième et de quatrième.................................. 326

QUATRIÈME PARTIE

FONCTIONNEMENT ET CALCUL DES APPAREILS

CHAPITRE PREMIER

Détails et rendements

Saturateurs de jus de citron... 327
Caisses à citrate... 328
Cuves à décomposition.. 329
Caisses à sulfate... 330
Appareils à évaporer dans le vide...................................... 333
Condenseurs... 333
a) Condenseur à mélange.. 334
b) Condenseur barométrique... 336
Caisses à granulé... 336
Essoreuses centrifuges.. 336
Cuves à dissolution... 337
Cuve à hydrogène sulfuré.. 338
Filtres-presses... 339
Cristallisoirs... 339
Pompes et monte-jus... 340

CHAPITRE II

Liquides introduits en fabrication

Saturation.. 341
Décomposition du citrate.. 342

CHAPITRE III

Évaporations

Concentration... 343
Granulation... 343
Cristallisation... 344

CHAPITRE IV

Vapeur, eau et puissance

Vapeur pour évaporations.. 345
Vapeur pour les diverses opérations..................................... 346
Consommation d'eau.. 347
Puissance... 347

CHAPITRE V

Projet d'installation d'une fabrique d'acide citrique pour une production mensuelle de 50 tonnes

Calculs des appareils

Pages.
Cuves à décomposition........ 348
Caisses à sulfate........ 349
Caisses à liquide de décomposition........ 349
Appareils évaporateurs........ 349
Appareils à granuler........ 351
Appareils des blancs........ 352
Condensation des appareils à évaporer........ 353
Cuves à dissolution et à hydrogène sulfuré........ 353
Caisses à granulé et cristallisoirs........ 354
Essoreuses centrifuges et filtres-presses........ 354
Saturateurs........ 355
Purification du noir........ 355
Réservoirs d'acides sulfurique et chlorhydrique........ 356
Monte-jus acides........ 356
Pompes diverses........ 356
Pompes à eau........ 357
Machines à vapeur........ 357
Chaudières à vapeur........ 357
Cheminée........ 358

CINQUIÈME PARTIE

LABORATOIRE

Réglage de la décomposition du citrate 361

TOURS — IMPRIMERIE DESLIS (S. A.) 6, RUE GAMBETTA.

Leçons de chimie organique, par V. Thomas, professeur à l'Université de Clermont-Ferrand. xvi-1.003 pages 16 × 25. 1932. (Rel. 138 fr.). Broché...... 118 fr.

Nouvelles méthodes d'analyse chimique organique, par H. Ter Meulen, professeur de chimie analytique à la Technische Hoogeschool de Delft et J. Heslinga, ingénieur chimiste. 2[e] *édition française*. viii-59 pages 16 × 25, avec 27 figures et 9 hors-texte. 1931.. 15 fr.

Manuel pratique d'analyse organique. *Méthodes d'analyses pour la détermination des principales fonctions des composés du carbone*, par E. Weston, 3[e] *éd. française* traduite par P.-R. Jourdain, chimiste. Revue et augmentée d'après la 5[e] *édition anglaise*, par Mme Mg. Rivière, agrégée de l'Université. ii-134 pages 13 × 21, avec 22 fig. 1932.. 28 fr.

Introduction à l'analyse qualitative organique, par H. Staudinger, directeur de l'Institut chimique de l'Université de Fribourg-en-Brisgau, en collaboration avec W. Frost, docteur ès sciences. Traduit de la 2[e] *édition allemande*, par E.-W Reuss, docteur ès sciences. viii-192 pages 16 × 25. 1930. (Rel. 75 fr.). Br........ 58 fr.

Théorie, mesures et applications du pH, par H. Jörgensen, Dipl. Ing. Dansk Gaerings. Industrie A. G., Copenhague. *Préface* du professeur S.-P.-L. Sörensen, professeur au laboratoire Carlsberg, Copenhague. Édition revue et augmentée, traduite de l'allemand, par J. Guéron, docteur ès sciences. xiv-351 p. 13 × 21, avec 49 fig. 1938. (Relié, 85 fr.). Broché.. 68 fr.

Le pH, force d'acidité et d'alcalinité. *Définition, détermination et applications*, par E. Pozzi-Escot, ingénieur-chimiste, professeur à l'Institut national Agronomique et Vétérinaire du Pérou, industriel. 3[e] *édition revue et augmentée*. xii-176 pages 16 × 25, avec 31 figures. 1936.. 44 fr.

Les applications industrielles du pH, par M. Déribéré, ingénieur des industries électro-mécaniques (E. B. P.), rédacteur en chef de la « Revue générale des matières plastiques ». *Préface* de A. Levasseur. viii-416 pages 16 × 25, avec 98 fig. 1935. (Rel. 117 fr.).) Broché.. 98 fr.

Les applications industrielles du rH. *Le potentiel d'oxydoréduction*, par M. Déribéré, ingénieur des industries électro-mécaniques (E. B. P.), directeur d'usine électro-chimique, ex-rédacteur en chef aux Editions textiles et techniques. viii-99 pages 16 × 25, avec 17 figures. 1937.. 25 fr.

Mémento du chimiste. 2[e] *édition* rédigée sous la direction de M. Boll et P. Baud.

Tome I. — *Partie scientifique*, par A. Belot, A. Bruiltet, A. Cramois, R. Darbord, R. Dechène, A. Féry, A. Kirmann, J. Le Corre, R. Massain, M. Mathieu, J. Orcel, Y. Rocard. viii-676 pages 13 × 21, avec 19 figures. 1927. (Relié. 149 fr.). Broché.. 130 fr.

Tome II. — *Partie industrielle*, par P. Baud, J. Boisseau, M. Caville, M. Chivoret, L.-P. Clerc, D. Elouard, R. Le Coarer. 686 pages 13 × 21, avec 13 fig. 1927. (Rel. 139 fr.) Broché.. 120 fr.

Eléments d'analyse chimique industrielle. *Principes et applications, à l'usage des Ecoles professionnelles*, par J. Clavel, ingénieur-chimiste I. C. R., licencié ès sciences physiques. *Préface* de H. Luc, directeur général de l'Enseignement technique. vi-234 pages 13 × 21, avec 55 figures. 1937. (Relié, 24 fr., Cart. class. 19 fr.). Broché.. 16 fr.

Comptes rendus du Congrès de l'industrie chimique à la Conférence mondiale de l'énergie (*Londres, juin* 1936). (The transactions of the Chemical Engineering Congress of the World Power Conference). 4 vol. 16 × 25, ensemble lxxxiii-2.737 pages, avec 612 figures et nombreux tableaux et 1 vol. contenant la table alphabétique des matières. 1937. Les 5 volumes ensemble, reliés.. 2.150 fr.

La récupération des solvants volatils, par C.-S. Robinson, professeur assistant de chimie industrielle à l'Institut de technologie de Massachusetts, ex-ingénieur chimiste aux établissements E.-B. Badger et Fils. Traduit de l'anglais par G. Génin, ingénieur-chimiste E. P. C. I. 2[e] *édition* augmentée d'un supplément. xxiii-307 pages 16 × 25, avec 114 figures. 1937. (Relié, 112 fr.). Broché... 92 fr.

Agenda Dunod : Chimie, *à l'usage des chimistes, ingénieurs, industriels, professeurs, pharmaciens, directeurs et contremaîtres d'usines et des élèves des écoles de chimie*, par E. Javet, expert-chimiste près les Tribunaux. Refondu par J. Clavel, ingénieur-chimiste I. C. R., licencié ès sciences physiques. cxl-384 pages 10 × 15. 58[e] édition. 1939. Relié simili-cuir.. 25 fr.

TOURS. — IMPRIMERIE DESLIS (S. A.), 6, RUE GAMBETTA.